

**UNIVERSIDADE FEDERAL DO PARANÁ**

**JORGE LUIZ CHRISTÓFOLLI**

**ESTUDO DE ARGILAS CALCINADAS PARA PRODUÇÃO DE  
CIMENTO PORTLAND POZOLÂNICO NA REGIÃO DE CURITIBA,  
PARANÁ – BRASIL**

CURITIBA

2010

**JORGE LUIZ CHRISTÓFOLLI**

**ESTUDO DE ARGILAS CALCINADAS PARA PRODUÇÃO DE  
CIMENTO PORTLAND POZOLÂNICO NA REGIÃO DE CURITIBA,  
PARANÁ – BRASIL.**

Dissertação apresentada ao Curso de Pós-Graduação em Construção Civil, Área de Concentração em Ambiente Construído, Setor de Tecnologia, Universidade Federal do Paraná, como parte das exigências para obtenção do título de Mestre em Construção Civil.

Orientador: Prof. Dr. José Marques Filho

CURITIBA

2010

# TERMO DE APROVAÇÃO

JORGE LUIZ CHRISTÓFOLLI

ESTUDO DE ARGILAS CALCINADAS PARA PRODUÇÃO DE CIMENTO  
PORTLAND POZOLÂNICO NA REGIÃO DE CURITIBA, PARANÁ – BRASIL.

Dissertação aprovada como requisito parcial para obtenção do grau de Mestre no Curso de Pós-Graduação em Construção Civil, Setor de Tecnologia da Universidade Federal do Paraná, pela seguinte banca examinadora:

Orientador:

---

Prof. Dr. José Marques Filho

Programa de Pós-Graduação em Construção Civil da UFPR.

Examinadores:

---

Prof<sup>ª</sup> Dr<sup>ª</sup> Laila Valduga Artigas

Programa de Pós-Graduação em Construção Civil da UFPR.

---

Prof. Dr. Vladimir Antônio Paulon

Departamento de Recursos Hídricos – UNICAMP.

Curitiba, 9 de abril de 2010

# Agradecimentos

À Deus pelo dom da vida.

À minha mãe por suas orações e apoio que mesmo distante em alguns momentos sentia sua força e energia inabaláveis.

À minha esposa Suemi pelo exemplo de coragem e luta pela vida e que sempre me deu apoio para encarar os desafios que passamos juntos, assim como pelos doces e tortas que fizeram parte das horas boas de estudo.

Ao Ronaldo Tartuce que me incentivou e apoiou a fazer engenharia civil assim como me ensinou a gostar de concreto.

Ao amigo e mestre Mauro José de Souza Araújo pelos primeiros passos na pesquisa de concreto e materiais e por seu exemplo de motivação profissional.

Ao professor José Freitas que me incentivou a fazer o mestrado.

Ao amigo e professor Dr. José Marques Filho pelo incentivo, orientação, pelas aulas brilhantes de estatística, pela confiança e paciência.

Ao Sérgio Lima, pela colaboração e sugestões importantes no estudo das argilas.

Ao Murilo, Douglas e Bruno pelo “monstruoso” trabalho de ensaio dos corpos-de-prova e sugestões fundamentais à pesquisa.

Ao Kirke e à Diprotec pela sugestão e fornecimento de material para as fôrmas.

À toda equipe de laboratório e geologia da Cia Itambé.

À Cia de Cimento Itambé pela oportunidade de poder estudar e contribuir para produção científica.

## RESUMO

Algumas razões importantes justificam a necessidade do estudo de novas formas de explorar os recursos naturais de nosso planeta e assegurar a sustentabilidade da existência humana. Dentre as diversas áreas do conhecimento, a engenharia civil tem o dever e obrigação de viabilizar suas atividades e minimizar os impactos das obras através de ações que reduzam o consumo de energia, que aumentem a durabilidade das construções e que causem menor impacto ambiental.

O uso de cimentos portland compostos dos tipos CP II Z, CP IV POZ e CP V ARI RS com adição de cinzas volantes representa parcela predominante dos cimentos consumidos nesta região do país. Porém a disponibilidade das cinzas volantes, depende substancialmente da atividade termelétrica à base de carvão, o que também depende da gestão energética do país, que tem como prioridade o uso das hidrelétricas.

Este estudo tem por objetivo, avaliar a potencialidade do uso de argilas da região de Curitiba como material pozolânico após calcinação. O trabalho inicia com a prospecção de algumas amostras de argilas e através da identificação da caulinita por ensaios de Difractometria de raio X (DRX), ensaios térmicos diferenciais (DTA) e térmicos gravimétricos (TGA).

Apresenta ainda uma proposta para ensaios de pozolanicidade com uso de pequenas amostras controladas, e como resultado, a utilização das argilas calcinadas mostra-se viável tecnicamente.

Palavras-chave: pozolana. argila calcinada. cimento pozolânico. Pozolanicidade. metacaulim.

## Abstract

Some important reasons justify the aim of studying a new way to explore the natural resources of our planet and to assure a sustainable human existence. Among the diverse areas of the knowledge, the engineeris have the duty and obligation to minimize the impact of its activities through actions that can reduce the energy consumption, that increase the durability of constructions and provide reduction of ambient impact.

The use of composites cements types IP and Type P, and Pozzolan-modified portland cement type I (PM), with fly ash addition of Thermal Electric Power Plants located in Brazil represents a significant fraction of portland cement in this region of the country.

However this residue availability depends substantially on the Thermal Electric Power Plant activity to the coal base and on the energy management of the country, that has as priority the use of Dams.

This study has the objective to evaluate the potentiality of use of clays of the region of Curitiba in Paraná State by using this material after calcination process.

The study start with the search of some clays samples and through the identification of the kaolin clays by X-ray diffraction test (XRD), thermo gravimetric analysis (TGA), and differential thermal analysis (DTA).

Also presents a proposal for testing pozolan activity with use of small controlled samples and as result, the use of calcined clays shows to be technically feasible.

Key wordas: Pozzolan. Calcined clay. Pozzolan-modified portland cement. Pozolan activity. Kaolin clays

## LISTA DE ILUSTRAÇÕES

FIGURA 1	- DIAGRAMA DE FORMAÇÃO DOS COMPOSTOS DO CIMENTO DURANTE A CLÍNQUERIZAÇÃO. ....	28
FIGURA 2	- FOTO DO CLÍNQUER EM ESTADO SOLTO. ....	29
FIGURA 3	- FLUXOGRAMA DO PROCESSO POR VIA SECA DA FABRICAÇÃO DO CIMENTO. ....	30
FIGURA 4	- VISTA AÉREA DA FÁBRICA DE CIMENTO PORTLAND DA CIA DE CIMENTO ITAMBÉ- BRASIL – CEDIDA PELA CIA ITAMBÉ ...	31
FIGURA 5	- MICROGRAFIA ÓTICA DO CLINQUER PORTLAND – DONALD A ST. JOHN ALAN W. POOLE E IAN SIMA (1998) ....	31
FIGURA 6	- MICROGRAFIA ELETRÔNICA DE VARREDURA DE UMA PASTA COM TRÊS DIAS. CRISTAIS DE HIDRÓXIDO DE CÁLCIO SÃO HEXAGONAIS E MACIÇOS (PORTLANDITA) E OS CRISTAIS DE C-S-H TÊM MORFOLOGIA FIBROSA ....	36
FIGURA 7	- MORFOLOGIA DE PARTÍCULAS DE CINZA E SÍLICA ATIVA (MINDESS <i>ET AL.</i> , 2003) ....	39
FIGURA 8	- GRÁFICO DE POZOLANICIDADE FRATINE. ....	43
FIGURA 9	- FLUXOGRAMA DO PROCESSO DE FABRICAÇÃO DE POZOLANA DE ARGILA CALCINADA EM JUPIÁ (ANDRIOLO, 1975) ....	47
FIGURA 10	- ESTRUTURA DA GIBSITA (A), SÍLICA (B), O PROCESSO DE MONTAGEM DA ESTRUTURA IDEAL DA CAULINITA (C) ESTRUTURA FINAL DA CAULINITA(D) (GARDOLINSKI) ....	51
FIGURA 11	- CURVAS CARACTERÍSTICAS DOS ENSAIOS DE -TDA/TGA – GARDOLINSKI (2003) ....	55
FIGURA 12	- FOTO DE UMA EXTRAÇÃO DE AREIA E ARGILA. ....	73
FIGURA 13	- FOTO DE LOCAL DE ARMAZENAMENTO DE ARGILA BRANCA. ....	74
FIGURA 14	- FOTO DE CINCO AMOSTRAS COLETADAS PARA ENSAIOS. ...	74
FIGURA 15	- EQUIPAMENTO DE MOAGEM CENTRÍFUGA COM DISCOS EXCÊNTRICOS. ....	75
FIGURA 16	- EQUIPAMENTO DE MOAGEM CENTRÍFUGA COM DISCOS EXCÊNTRICOS. ....	75
FIGURA 17	- PASTILHA DE ARGILA APÓS PRENSAGEM ....	75
FIGURA 18	- EQUIPAMENTO DE ENSAIO DE RAIOS-X ....	75
FIGURA 19	- DETALHE DOS SUPORTES DAS PATILHAS DO EQUIPAMENTO DE RAIOS-X AUTOMATIZADO. ....	76

FIGURA 20	- VISTA INTERNA DO EQUIPAMENTO DE RAIOS-X AUTOMATIZADO. ....	76
FIGURA 21	- LOCAL PARA POSICIONAMENTO DA AMOSTRA PARA ENSAIO DE RAIOS-X .....	77
FIGURA 22	- AMOSTRA SENDO ENSAIADA. ....	77
FIGURA 23	- EQUIPAMENTO DE ANÁLISE TERMOGRAVIMÉTRICA E TERMO DIFERENCIAL DO LAMIR-UFPR .....	77
FIGURA 24	- MUFLA DO LABORATÓRIO DA CIA DE CIMENTO ITAMBÉ PARA CALCINAÇÃO DAS ARGILAS. ....	78
FIGURA 25	- AMOSTRAS DA ARGILA A6 SEPARADAS PELA TEMPERATURA E GRAU DE FINURA. ....	79
FIGURA 26	- AMOSTRAS DA ARGILA A3 SEPARADAS PELA TEMPERATURA E GRAU DE FINURA. ....	79
FIGURA 27	- AMOSTRAS DA ARGILA A7E SEPARADAS PELA TEMPERATURA E GRAU DE FINURA .....	80
FIGURA 28	- DESENHO ESQUEMÁTICO DAS FÔRMAS .....	82
FIGURA 29	- FOTO DA FÔRMA DE MADEIRA COM PINTURA DE TINTA EPÓXI. ....	82
FIGURA 30	- FOTO DA CAIXA DE CURA TÉRMICA EM BANHO COM ÁGUA AQUECIDA. ....	83
FIGURA 31	- FOTO DA CAIXA DE CURA TÉRMICA COM A TAMPA SUPERIOR .....	83
FIGURA 32	- FOTO DO TERMOSTATO PARA CONTROLE DA TEMPERATURA .....	84
FIGURA 33	- PESAGEM DE UMA DAS FRAÇÕES DE AREIA PADRÃO ABNT EM BALANÇA ELETRÔNICA. ....	84
FIGURA 34	- PESAGEM DO CIMENTO E DA ARGILA .....	85
FIGURA 35	- CONTROLE DA TEMPERATURA DA ÁGUA DE AMASSAMENTO. ....	85
FIGURA 36	- MISTURA DA ARGAMASSA EM MISTURADOR MECÂNICO – NBR 7215:1996. ....	86
FIGURA 37	- ADENSAMENTO COM SOQUETE DE AÇO DE 10 MM DE DIÂMETRO. ....	86
FIGURA 38	- PROTEÇÃO CORPOS-DE-PROVA CONTRA EVAPORAÇÃO .....	87
FIGURA 39	- SEPARAÇÃO DAS MISTURAS E IDENTIFICAÇÃO PARA A	87



	IDADES DE ROMPIMENTO. ....	
FIGURA 40	- AS IDADES DE ROMPIMENTO FORAM ABREVIADAS EM 7, 8, 3 E 1 RESPECTIVAMENTE PARA AS IDADES DE 7; 28; 63 E 91 DIAS.. ....	88
FIGURA 41	- CADA IDADE DE RUPTURA FOI AGRUPADA NAS CAIXAS DE CURA TÉRMICA. ....	88
FIGURA 42	- RECIPIENTE FLUTUANTE CONTENDO OS CPS DENTRO DA CAIXA DE CURA TÉRMICA. ....	89
FIGURA 43	- CAIXA FECHADA MANTENDO OS CORPOS-DE-PROVA EM CURA SECA E AQUECIDA. ....	89
FIGURA 44	- DETALHE DA CAIXAS ABERTAS FLUTUANDO NA ÁGUA AQUECIDA A 38°C+- 2°C. ....	89
FIGURA 45	- MEDIÇÃO DO DIÂMETRO DO EXEMPLAR COM PAQUÍMETRO COM LEITURA DIGITAL. ....	90
FIGURA 46	- DETALHE DO CAPEADOR FEITO EM AÇO COM TORNO MECÂNICO ....	90
FIGURA 47	- DETALHE DE UMA SÉRIE DE EXEMPLARES DEVIDAMENTE CAPEADOS COM ENXOFRE. ....	91
FIGURA 48	- COLOCAÇÃO DO CORPO DE PROVA NA PRENSA PARA ENSAIO DE COMPRESSÃO. ....	91
FIGURA 49	- DETALHE DO POSICIONAMENTO DO CP NA PRENSA DE ENSAIO. ....	92
FIGURA 50	- DETALHE DO DISPLAY DIGITAL INDICADOR DA CARGA DE RUPTURA EM KN. ....	92
FIGURA 51	- GRÁFICO DE AMM 7 DIAS – FATORES TEMPERATURA X ORIGEM DA ARGILA ....	95
FIGURA 52	- GRÁFICO DE AMM 7 DIAS – FATORES TEMPERATURA X FINURA ..... ....	95
FIGURA 53	- GRÁFICO DE AMM 7 DIAS – FATORES DO TEOR X TEMPERATURA DE CALCINAÇÃO ....	96
FIGURA 54	- GRÁFICO DE AMM 7 DIAS – FATORES FINURA X ORIGEM DA ARGILA ....	96
FIGURA 55	- GRÁFICO DE AMM 7 DIAS – FATORES TEOR X ORIGEM DA ARGILA ....	97
FIGURA 56	- GRÁFICO DE AMM 7 DIAS – FATORES TEMPERATURA X ORIGEM DA ARGILA ....	97
FIGURA 57	- ARGILAS COM GRAU DE FINURA “ IN NATURA “ – 7 DIAS	99

	.....	
FIGURA 58	- ARGILAS PASSANTES NA # 200 (0,075 MM) – 7 DIAS .....	99
FIGURA 59	- ARGILAS PASSANTES NA # 325 (0,045 MM) - 7 DIAS .....	100
FIGURA 60	- ARGILAS CALCINADAS À 650 °C – 7 DIAS .....	100
FIGURA 61	- ARGILAS CALCINADAS À 750 °C - 7 DIAS .....	101
FIGURA 62	- ARGILAS CALCINADAS À 850 °C - 7 DIAS .....	101
FIGURA 63	- GRÁFICO DE AMM 28 DIAS – FATORES TEMPERATURA X ORIGEM DA ARGILA .....	103
FIGURA 64	- GRÁFICO DE AMM 28 DIAS – FATORES TEMPERATURA X FINURA DA ARGILA .....	103
FIGURA 65	- GRÁFICO DE AMM 28 DIAS – FATORES TEOR X TEMPERATURA .....	104
FIGURA 66	- GRÁFICO DE AMM 28 DIAS – FATORES FINURA X ORIGEM DA ARGILA .....	104
FIGURA 67	- GRÁFICO DE AMM 28 DIAS – FATORES TEOR X ORIGEM DA ARGILA .....	105
FIGURA 68	- GRÁFICO DE AMM 28 DIAS – FATORES TEOR X FINURA DA ARGILA .....	105
FIGURA 69	- ARGILAS COM GRAU DE FINURA “ IN NATURA “ – 28 DIAS .....	107
FIGURA 70	- ARGILAS PASSANTES NA # 200 (0,075 MM) – 28 DIAS .....	107
FIGURA 71	- ARGILAS PASSANTES NA # 325 (0,045 MM) – 28 DIAS .....	108
FIGURA 72	- ARGILAS CALCINADAS À 650 °C – 28 DIAS .....	109
FIGURA 73	- ARGILAS CALCINADAS À 750 °C – 28 DIAS .....	110
FIGURA 74	- ARGILAS CALCINADAS À 850 °C – 28 DIAS .....	110
FIGURA 75	- GRÁFICO DE AMM 63 DIAS – FATORES TEMPERATURA X ORIGEM DA ARGILA .....	111
FIGURA 76	- GRÁFICO DE AMM 63 DIAS – FATORES TEMPERATURA X ORIGEM DA ARGILA .....	111
FIGURA 77	- GRÁFICO DE AMM 63 DIAS - TEOR X TEMPERATURA .....	112
FIGURA 78	- GRÁFICO DE AMM 63 DIAS – FINURA X ORIGEM DA ARGILA ..	112
FIGURA 79	- GRÁFICO DE AMM 63 DIAS – TEOR X ORIGEM DA ARGILA .....	113
FIGURA 80	- GRÁFICO DE AMM 63 DIAS – TEOR X FINURA DA ARGILA .....	113
FIGURA 81	- ARGILAS COM GRAU DE FINURA “ IN NATURA “ – 63 DIAS .....	115
FIGURA 82	- ARGILAS PASSANTES NA # 200 (0,075 MM) – 63 DIAS .....	115
FIGURA 83	- ARGILAS PASSANTES NA # 325 (0,045 MM) – 63 DIAS .....	116
FIGURA 84	- ARGILAS CALCINADAS À 650 °C – 63 DIAS .....	116

FIGURA 85	- ARGILAS CALCINADAS À 750 °C – 63 DIAS .....	117
FIGURA 86	- ARGILAS CALCINADAS À 850 °C – 63 DIAS .....	117
FIGURA 87	- GRÁFICO DE AMM 91 DIAS – FATORES TEMPERATURA X ORIGEM DA ARGILA .....	119
FIGURA 88	- GRÁFICO DE AMM 91 DIAS – FATORES TEMPERATURA X FINURA DA ARGILA .....	119
FIGURA 89	- GRÁFICO DE AMM 91 DIAS – FATORES TEOR X TEMPERATURA DA ARGILA .....	120
FIGURA 90	- GRÁFICO DE AMM 91 DIAS – FINURA X ORIGEM DA ARGILA ..	120
FIGURA 91	- GRÁFICO DE AMM 91 DIAS – TEOR X ORIGEM DA ARGILA .....	121
FIGURA 92	- GRÁFICO DE AMM 91 DIAS – TEOR X FINURA DA ARGILA .....	121
FIGURA 93	- ARGILAS COM GRAU DE FINURA “ IN NATURA “ – 91 DIAS .....	123
FIGURA 94	- ARGILAS PASSANTES NA # 200 (0,075 MM) – 91 DIAS .....	123
FIGURA 95	- ARGILAS PASSANTES NA # 325 (0,045 MM) – 91 DIAS .....	123
FIGURA 96	- ARGILAS CALCINADAS À 650 °C – 91 DIAS .....	125
FIGURA 97	- ARGILAS CALCINADAS À 750 °C – 91 DIAS. ....	126
FIGURA 98	- ARGILAS CALCINADAS À 850 °C – 91 DIAS .....	126
FIGURA 99	- EVOLUÇÃO DAS RESISTÊNCIAS SEM ADIÇÃO .....	127
FIGURA 100	- EVOLUÇÃO DAS RESISTÊNCIAS COM ADIÇÃO PARA OS GRAUS DIFERENTES DE FINURA.....	128
FIGURA 101	- EVOLUÇÃO DAS RESISTÊNCIAS COM ADIÇÃO PARA OS GRAUS DIFERENTES DE QUEIMA.....	128

## LISTA DE TABELAS

TABELA 1	-	NOTAÇÃO ABREVIADA DOS COMPOSTOS DO CIMENTO .....	32
TABELA 2	-	NOTAÇÃO ABREVIADA DOS COMPOSTOS HIDRATADOS DO CIMENTO .....	32
TABELA 3	-	COMPOSTOS BÁSICOS DO CIMENTO PORTLAND .....	32
TABELA 4	-	MÓDULOS QUÍMICOS BÁSICOS DO CIMENTO PORTLAND .....	33
TABELA 5	-	COMPOSTOS BÁSICOS DO CIMENTO PORTLAND .....	33
TABELA 6	-	GRAU APROXIMADO DE POZOLANICIDADE DE POZOLANAS NATURAIS – (MIELENZ–1951) .....	40
TABELA 7	-	CLASSIFICAÇÃO DAS ARGILAS SEGUNDO COUTINHO (2006) .....	41
TABELA 8	-	COMPOSIÇÃO TEÓRICA DAS ARGILAS CAULÍNÍICAS .....	53
TABELA 9	-	EXIGÊNCIAS QUÍMICAS DO METACAULIM .....	53
TABELA 10	-	EXIGÊNCIAS FÍSICAS PARA A POZOLANA TIPO METACAULIM. ...	54
TABELA 11	-	TEORES DOS COMPOSTOS DA FÓRMULA ESTRUTURAL PADRÃO DA ILITA E CAULINITA. ....	58
TABELA 12	-	MATRIZ PRINCIPAL DO EXPERIMENTO (VARIÁVEIS CONTROLADAS: TEMPERATURA; GRANULOMETRIA E % DE ADIÇÃO) .....	65
TABELA 13	-	COMPOSIÇÃO DOS FATORES DA MATRIZ PRINCIPAL DOS ENSAIOS .....	65
TABELA 14	-	QUANTITATIVOS DE MATERIAIS PARA OS ENSAIOS .....	66
TABELA 15	-	QUANTIDADE DE RECURSOS DE MÃO DE OBRA NECESSÁRIOS	66
TABELA 16	-	QUANTIDADE DE MATERIAIS PARA CADA COMBINAÇÃO DE MISTURA .....	66
TABELA 17	-	ENSAIOS QUÍMICOS E FÍSICOS DO CIMENTO CP II F 32 UTILIZADO NA PESQUISA. RESULTADOS FORNECIDOS PELO LABORATÓRIO DE ANÁLISES QUÍMICAS E FÍSICAS DA CIA DE CIMETO ITAMBÉ .....	67
TABELA 18	-	PERCENTUAIS DOS COMPOSTOS PRINCIPAIS DO CIMENTO (BOGUE).....	67
TABELA 19	-	MÓDULOS QUÍMICOS DO CIMENTO CP II F 32 UTILIZADO. ....	68
TABELA 20	-	IDENTIFICAÇÃO DAS ARGILAS AMOSTRADAS .....	68
TABELA 21	-	COMPOSIÇÃO QUÍMICA POR DIFRAÇÃO DE RAIOS-X .....	69
TABELA 22	-	ESTIMATIVAS DOS TEORES DE CAULINITA CONFORME (BATTAGIN, 2003) EQUAÇÃO 5.....	70

TABELA 23	- COMPARATIVO DE RESULTADOS DE RESISTÊNCIA À COMPRESSÃO EM C.PS DE 5 X 10 CM E 25 X 50 MM .....	73
TABELA 24	- CARACTERIZAÇÃO DAS ARGILAS APÓS CALCINAÇÃO E MOAGEM. ENSAIOS REALIZADOS NO LABORATÓRIO DA CIA DE CIMENTO ITAMBÉ .....	81
TABELA 25	- QUANTIDADES DE MATERIAL PARA A MOLDAGEM DE 20 CORPOS-DE-PROVA 25 X 50 MM .....	85
TABELA 26	- TABELA ANOVA – RESULTADOS DE 7 DIAS .....	94
TABELA 27	- TABELA ANOVA – RESULTADOS DE 28 DIAS .....	102
TABELA 28	- TABELA ANOVA – RESULTADOS DE 63 DIAS .....	110
TABELA 29	- TABELA ANOVA – RESULTADOS DE 91 DIAS -.....	118

## LISTA DE SIGLAS E SÍMBOLOS

ABCP	- Associação Brasileira de Cimento Portland
ABNT	- Associação Brasileira de Normas Técnicas
ANOVA	- <i>Alalysis of Variance</i> – Análise de Variâncias
ASTM	- <i>American Society for Testing and Materials (ASTM)</i>
Cp(s)	- Corpos-de-prova cilíndricos (5 x 10 cm) ou (25 x 50 mm)
MCAR	- Metacaulinita de Alta Reatividade
NBR	- Norma Brasileira
SNIC	- Sindicato Nacional do Cimento
TDA	- Análise Térmica Diferencial
TGA	- Análise Térmica Gravimétrica
RAA	- Reação álcali agregado
°C	- Graus Celsius – medida de temperatura
μm	- micro-metro (1 x 10 <sup>-6</sup> metros)
Yijklm	- Valor individual de cada resultado de resistência em MPa. Onde (i) é nível do fator de temperatura; (j) é o nível de fator do tipo de argila; (k) é o nível de fator do grau de finura da argila; (l) é o nível de fator da % de adição e (m) é o enésimo elemento de repetição de cada combinação.
μ	- Média geral de todos os resultados.
τ <sub>i</sub>	- Efeito i-ésimo nível do fator Temperatura.
β <sub>j</sub>	- Éfeito j-ésimo nível do fator tipo de argila.
γ <sub>k</sub>	- Éfeito k-ésimo nível do fator grau de finura.
α <sub>l</sub>	- Éfeito l-ésimo nível do fator % de adição.
(τβ) <sub>ij</sub>	- Éfeito da interação dos fatores temperatura e tipo de argila.
(τγ) <sub>ik</sub>	- Éfeito da interação dos fatores temperatura e grau de finura.
(τα) <sub>il</sub>	- Éfeito da interação dos fatores temperatura e % de adição.
(βγ) <sub>jk</sub>	- Éfeito da interação dos fatores tipo de argila e grau de finura.
(βα) <sub>jl</sub>	- Éfeito da interação dos fatores tipo de argila e % de adição.
(γα) <sub>kl</sub>	- Éfeito da interação dos fatores grau de finura e % de adição.
(τβγ) <sub>ijk</sub>	- É o efeito da interação dos fatores de temperatura, tipo de argila e % de adição
(βγα) <sub>jkl</sub>	- É o efeito da interação dos fatores de temperatura, finura e % de adição
(τβγ) <sub>ijk</sub>	- É o efeito da interação dos fatores de temperatura, tipo de argila e % de adição
(βγα) <sub>jkl</sub>	- É o efeito da interação dos fatores de temperatura, finura e % de adição
(τβγα) <sub>ijkl</sub>	- Éfeito da interação dos todos os fatores.
ε <sub>ijklm</sub>	- ERRO aleatório.

- # in natura - Classificação granulométrica do material sem moagem ou peneiramento, no estado natural após calcinação.
- # 200 - Classificação granulométrica do material passando na peneira de abertura 0,075 mm
- # 325 - Classificação granulométrica do material passando na peneira de abertura 0,045 mm

# SUMÁRIO

<b>1.</b>	<b>CAPÍTULO 1 – INTRODUÇÃO</b> .....	16
1.1	MEIO AMBIENTE E SUSTENTABILIDADE .....	16
1.2	OBJETIVOS .....	20
1.3	JUSTIFICATIVAS .....	21
1.3.1	Justificativas sociais .....	21
1.3.2	Justificativas ambientais .....	22
1.3.3	Justificativas Tecnológicas .....	22
1.3.4	Justificativas Econômicas .....	23
1.4	ESTRATÉGIA E MÉTODO .....	24
1.5	CONSIDERAÇÕES PARA O DESENVOLVIMENTO DO ESTUDO .....	25
1.6	ABRANGÊNCIA DO TRABALHO .....	25
1.7	ESTRUTURA DO TRABALHO .....	26
<b>2.</b>	<b>CAPÍTULO 2 – CIMENTO PORTLAND</b> .....	28
2.1	HISTÓRICO .....	28
2.2	QUÍMICA DO CIMENTO .....	32
2.2.1	Pega do cimento .....	34
2.2.2	Efeito dos compostos na hidratação do cimento .....	34
2.2.3	Mecanismos de hidratação do cimento .....	35
<b>3.</b>	<b>CAPÍTULO 3 – ADIÇÕES MINERAIS</b> .....	38
3.1	POZOLANAS .....	38
3.2	CLASSIFICAÇÃO DAS ADIÇÕES MINERAIS .....	38
3.3	CLASSIFICAÇÃO DAS ADIÇÕES MINERAIS PELA ATIVIDADE .....	40
3.4	CALCINAÇÃO DAS ARGILAS PARA OBTENÇÃO DE POZOLANA .....	41
3.5	MÉTODOS DE AVALIAÇÃO DA ATIVIDADE POZOLÂNICA .....	42
3.5.1	Método Chapelle .....	42
3.5.2	Método Fratine .....	42
3.5.3	Método da resistência em corpos-de-prova de argamassa com cimento ....	43
3.6	HISTÓRICO DA UTILIZAÇÃO DE ARGILAS CALCINADAS .....	44
3.7	EFEITO DAS POZOLANAS NO CONCRETO .....	46



3.7.1	Efeito plastificante redutor de água .....	46
3.7.2	Efeitos reológicos no concreto .....	48
3.7.3	Efeito de redução do calor de hidratação .....	48
3.7.4	Redução da fissuração por secagem .....	48
3.7.5	Resistência à compressão .....	49
3.7.6	Resistência a ataques químicos .....	49
3.7.7	Proteção da armadura – passivação do aço .....	50
3.7.8	Reações de expansão por sulfatos e RAA .....	50
3.8	CAULINITA E METACAULIM .....	50
3.8.1	Princípio de ação do metacaulim .....	52
3.8.2	Características químicas do metacaulim .....	52
3.8.3	Características físicas do metacaulim .....	53
3.8.4	Comportamento térmico da caulinita .....	54
3.9	IDENTIFICAÇÃO MINERALÓGICA DAS ARGILAS - ENSAIOS ESPECÍFICOS .....	56
3.9.1	Análise térmica diferencial .....	56
3.9.2	Análise térmica gravimétrica .....	56
3.9.3	Análise química por difração de raios-X .....	57
3.10	ESTIMATIVA DO TEOR DE CAULINITA DAS ARGILAS .....	58
<b>4.</b>	<b>CAPÍTULO 4 – PROGRAMA EXPERIMENTAL</b> .....	<b>60</b>
4.1	PROSPECÇÃO DAS ARGILAS .....	61
4.2	ANÁLISES QUÍMICAS E TGA/TDA .....	61
4.3	ESCOLHA DAS AMOSTRAS PARA CALCINAÇÃO .....	61
4.4	MÉTODO PROPOSTO PARA OS ENSAIOS .....	62
4.5	FATORES CONTROLADOS . .....	63
4.6	VARIÁVEIS DE RESPOSTA .....	63
4.7	LEVANTAMENTO DOS QUANTITATIVOS DOS RECURSOS NECESSÁRIOS .....	65
4.8	CARACTERIZAÇÃO DOS MATERIAIS UTILIZADOS NOS ENSAIOS .....	67
<b>5.</b>	<b>CAPÍTULO 5 – PROCEDIMENTOS EXPERIMENTAIS</b> .....	<b>71</b>
5.1	ENSAIOS COMPARATIVOS DOS CP(S) 5 X 10 CM E 25 X 50 MM .....	71

5.2	AMOSTRAGEM DAS ARGILAS .....	72
5.3	ENSAIOS DE DIFRAÇÃO DE RAIOS-X .....	74
5.4	ENSAIOS TERMOGRAVIMÉTRICOS E TERMODIFERENCIAIS .....	76
5.5	PREPARAÇÃO E CALCINAÇÃO DAS ARGILAS PARA ENSAIO .....	77
5.5.1	Classificação pela finura .....	78
5.6	CARACTERIZAÇÃO DAS ARGILAS CALCINADAS .....	80
5.7	MONTAGEM DAS FÔRMAS PARA MOLDAGEM DOS CP(S) .....	81
5.8	PREPARAÇÃO DO TANQUE DE CURA COM TEMPERATURA CONTROLADA .....	82
5.9	PREPARAÇÃO DA ARGAMASSA .....	83
5.10	MOLDAGEM DOS CORPOS-DE-PROVA (25 X 50 MM) .....	85
5.11	DESFORMA E IDENTIFICAÇÃO DOS CORPOS-DE-PROVA .....	86
5.12	COLOCAÇÃO DOS CORPOS-DE-PROVA NA CURA TÉRMICA .....	87
5.13	CAPEAMENTO COM ENXOFRE COM PRATO ESPECIAL PARA CP(S) 25 X 50 MM .....	89
5.14	ROMPIMENTOS DOS CP(S) 25 X 50 MM .....	90
<b>6.</b>	<b>CAPÍTULO 6 – ANÁLISE DOS RESULTADOS</b> .....	<b>92</b>
6.1	ANÁLISE DOS RESULTADOS DE 7 DIAS DE IDADE – TABELA ANOVA	93
6.1.1	Efeito dos fatores isolados .....	93
6.1.2	Análise múltipla das médias .....	94
6.1.3	Análise da variabilidade e dos fatores controlados aos 7 dias .....	97
6.1.3.1	Variabilidade dos ensaios de referência aos 7 dias. ....	97
6.1.3.2	Efeito da Finura aos 7 dias de idade pelo Índice de atividade pozolânica – NBR 5752/1992. ....	97
6.1.3.3	Efeito da temperatura de calcinação das argilas no Índice de atividade pozolânica aos 7 dias de idade – NBR 5752/1992. ....	99
6.2	ANÁLISE DOS RESULTADOS DE 28 DIAS DE IDADE–TABELA ANOVA	101
6.2.1	Efeito dos fatores isolados .....	101
6.2.2	Análise múltipla das médias .....	102
6.2.3	Análise da variabilidade e dos fatores controlados aos 28 dias .....	105
6.2.3.1	Variabilidade dos ensaios de referência aos 28 dias. ....	105

6.2.3.2	Efeito da Finura aos 28 dias de idade pelo Índice de atividade pozolânica – NBR 5752/1992. ....	105
6.2.3.3	Efeito da temperatura de calcinação das argilas no Índice de atividade pozolânica aos 28 dias de idade – NBR 5752/1992. ....	107
6.3	ANÁLISE DOS RESULTADOS DE 63 DIAS DE IDADE–TABELA ANOVA	109
6.3.1	Efeito dos fatores isolados .....	109
6.3.2	Análise múltipla das médias .....	110
6.3.3	Análise da variabilidade e dos fatores controlados aos 63 dias .....	113
6.3.3.1	Variabilidade dos ensaios de referência aos 63 dias. ....	113
6.3.3.2	Efeito da Finura aos 63 dias de idade pelo Índice de atividade pozolânica – NBR 5752/1992. ....	113
6.3.3.3	Efeito da temperatura de calcinação das argilas no Índice de atividade pozolânica aos 63 dias de idade – NBR 5752/1992 .....	115
6.4	ANÁLISE DOS RESULTADOS DE 91 DIAS DE IDADE–TABELA ANOVA	117
6.4.1	Efeito dos fatores isolados .....	117
6.4.2	Análise múltipla das médias .....	118
6.4.3	Análise da variabilidade e dos fatores controlados aos 91 dias. ....	121
6.4.3.1	Variabilidade dos ensaios de referência aos 91 dias. ....	121
6.4.3.2	Efeito da Finura aos 91 dias de idade pelo Índice de atividade pozolânica – NBR 5752/1992. ....	121
6.4.3.3	Efeito da temperatura de calcinação das argilas no Índice de atividade pozolânica aos 91 dias de idade – NBR 5752/1992. ....	124
6.5	EVOLUÇÕES MÉDIAS DAS RESISTÊNCIAS SEM ADIÇÃO .....	126
6.6	EVOLUÇÕES MÉDIAS DAS RESISTÊNCIAS COM ADIÇÃO. ....	126
7.	<b>CAPÍTULO 8 – CONCLUSÕES</b> .....	128
7.1	MÉTODO PROPOSTO PARA ENSAIO EM CP(S) 25 X 50 MM .....	128
7.2	ATIVIDADE POZOLÂNICA DAS ARGILAS ANALISADAS. ....	129
7.3	SUGESTÕES PARA ESTUDOS POSTERIORES. ....	130
	<b>REFERÊNCIAS</b> .....	132
	<b>ANEXOS</b> .....	136

## CAPÍTULO 1 - INTRODUÇÃO

### 1.1. MEIO AMBIENTE E SUSTENTABILIDADE.

Grande parte dos impactos ambientais é decorrente de um modelo de desenvolvimento que tem o planeta como fonte inesgotável de recursos e como receptáculo de todo o lixo produzido pela atividade humana. A partir do século XX, as consequências globais desta abordagem começaram a aparecer. Desta forma, inúmeras razões justificam a necessidade do estudo de novas formas de explorar os recursos naturais de nosso planeta e assegurar a sustentabilidade da existência humana.

Dentre as diversas áreas do conhecimento humano, a engenharia civil tem o dever e a obrigação de viabilizar suas atividades e minimizar os efeitos ambientais, através de ações que reduzam o consumo de energia, que aumentem a durabilidade das construções e que causem menor impacto ambiental.

A Indústria da Construção é definida por um conjunto de atividades visando a realização material e intencional do homem para adaptar a natureza às suas necessidades de abrigo, sede de atividades e/ou outras funções, através de obras, resultando em construções (ABNT, NBR 8950).

Como resultado dessa atividade industrial aumentou a pressão sobre a exploração de recursos naturais e de energia, especificamente a fóssil, não renovável, que trazem consequências danosas sobre os ecossistemas não só pela degradação do ambiente nos locais minerados, como pela deposição de rejeitos e subprodutos industriais poluentes, tanto no solo quanto no ar. Esse tipo de agressão vem sendo discutida, nas últimas duas décadas, por agências governamentais e não governamentais, assim como pela sociedade, que alertam para o fato de que nosso planeta é único, devendo ser preservado da exploração predatória, mantendo-a controlada e compatível com as necessidades e possibilidades de cada país. (ISAIA, 2003)

O conceito de *construção auto-sustentável* se embasa no princípio da equidade social, ou seja, os recursos naturais são de todos e para todos. Para tanto devem ser administrados visando o menor impacto sobre o meio ambiente (*ecologia*)

pelo menor custo possível (*economia*). A idéia é que cada país e, por extensão, o mundo inteiro, deve procurar o seu nível de sustento ao longo do tempo num processo auto-alimentado ou, no jargão atual, “auto-sustentado”. (ANDRADE, 1998 *apud* ISAIA, 2003)

De maneira simplificada, cada ação tomada durante o processo construtivo deve estar embasada no que se denomina *eco-eficiência*, ou seja, deve visar a obtenção de produtos e serviços a preços competitivos, que tragam qualidade para a vida, ao mesmo tempo em que reduzam progressivamente os impactos ambientais e a intensidade do uso de recursos no transcórre do ciclo de vida, até o nível da capacidade estimada do planeta de suportar essa utilização. Trata-se, pois, de equilibrar ecologia com economia com o propósito de se produzir com menos energia, menos matéria-prima, menos desperdício, menos poluição, mais reutilização e reciclagem.

Em 2007, conforme o relatório do “Intergovernmental Panel on Climate Change (IPCC) juntamente com o ganhador do Prêmio Nobel da Paz, Al Gore, a emissão de CO<sub>2</sub> foi estimada em 31 bilhões de toneladas e a concentração na atmosfera atingiu a marca histórica de 387 ppm (mg/litro) (MEHTA e MALHOTRA, 2008).

Comercialmente, o cimento é uma “commodity” de baixa substituíbilidade, presente em todo tipo de construção, da mais simples moradia até a mais complexa obra de infra-estrutura, das fundações ao acabamento final e é o componente básico do concreto e das argamassas. (SNIC, 2008). O cimento e o concreto como materiais de construção, além de cumprirem a missão técnica de resistência ou econômica de custo, apresentam também missão ecológica no sentido do uso racional dos recursos naturais e oferta de benefícios que não são disponibilizados por outros materiais com finalidade similar. (ISAIA, 2003)

Na fabricação do cimento, a matéria prima principal constituída pela rocha calcária e quimicamente pelo carbonato de cálcio, ao ser calcinado em fornos ( $CaCO_3 + Calor \rightarrow CaO + CO_2$ .) para a formação dos silicatos de cálcio (C<sub>2</sub>S e C<sub>3</sub>S), emana CO<sub>2</sub> que se adicionará à emissão de CO<sub>2</sub> da combustão do combustível de queima. Este processo resulta num total aproximado entre 600 e 850 kg deste gás por tonelada de clínquer produzido (matéria prima principal para a produção do cimento Portland) segundo Mehta e Monteiro (2008).

A produção mundial de cimento em 2006 foi da ordem de 2,56 bilhões de toneladas (SNIC, 2008), o que representa o efeito em torno de 5% da emissão mundial de dióxido de carbono (DAVIDOVITS, 1994 *apud* ISAIA, 2003)

Segundo o SNIC (2008), em 2007 o consumo *per capita* de cimento no Brasil foi de 243 kg, ainda baixo se comparado com 351 kg/hab da Alemanha, 813 kg/hab da Itália e 998 kg/hab da Coreia do Sul. A média mundial é da ordem de 260 kg/habitante.

Para Aitcin (2000), a indústria do cimento e do concreto deverão se enquadrar dentro de limites aceitáveis de emissão de gás carbônico. Alguns países se comprometeram em reduzir as emissões de CO<sub>2</sub> nos níveis de 1990 num prazo de 20 a 30 anos.

Segundo Mehta e Malhotra (2008), uma abordagem holística para remediar a crise de sustentabilidade considera a regra básica: “consuma menos”. A partir desta regra, três abordagens podem ser desenvolvidas para que a emissão de CO<sub>2</sub> de origem da fabricação do cimento, seja reduzida:

a) Consumir menos concreto.

- Desenvolver projetos que otimizem o aproveitamento dos espaços e executar estruturas mais esbeltas e leves utilizando materiais mais econômicos e eficientes em termos de consumo de energia.
- Utilizar misturas de concreto que proporcionem maior durabilidade em obras de infra-estrutura como, pontes, viadutos, túneis, portos e fundações.
- Priorizar o uso de peças pré-fabricadas em estruturas de maneira que possam ser montadas e desmontadas facilmente.
- Proporcionar o aumento da vida útil das estruturas através do uso de materiais duráveis e métodos construtivos eficazes.

b) Consumir menos cimento portland.

- Especificar resistências para idades de 63 ou 91 dias em elementos estruturais. Pois as solicitações se darão em idades posteriores aos 28 dias.

- Utilizar potencialmente a capacidade dos aditivos redutores de água para reduzir o consumo de cimento, mantendo as resistências.
  - Otimizar a distribuição granulométrica do concreto para reduzir o volume de pasta na mistura.
- c) Reduzir a proporção de clínquer no cimento portland.
- Usar cimentos compostos com uma ou mais adições de materiais cimentícios como: cinzas volantes ou “*fly ash*”, escória de alto forno, sílica ativa, cinza de casca de arroz e argilas calcinadas.

Outro ponto importante é a possibilidade da indústria do cimento de fazer o co-processamento, cuja finalidade é usar resíduos de outras atividades, como fonte de energia calorífica nos fornos de clínquerização (SNIC, 2008).

Em se tratando do Brasil, especificamente da região Sul do país, onde existe geração de energia termelétrica, tem-se a disponibilidade de cinzas volantes ou “*fly ash*”, resíduo da queima do carvão. A partir da cinza, se produz os tipos CP II Z, CP IV POZ e CP V ARI RS. De acordo com as especificações das normas brasileiras da ABNT, a adição é de 6% a 14% no CP II Z, entre 15% a 50% no CP IV e para o CP V ARI RS não há limite especificado.

Porém a disponibilidade das cinzas volantes depende substancialmente da atividade termelétrica à base de carvão e da gestão energética do país, que tem como prioridade o uso das hidrelétricas.

Na região sul do Brasil, em 2005, foram utilizadas cerca de 1 milhão de toneladas de cinzas volantes a fabricação dos cimentos tipo CP IV e CP II Z (SNIC, 2008).

Puxando o aumento futuro da demanda de cimento, está o aumento da população assim como a do seu poder econômico (IBGE,2010), (SNIC,2010). Desta forma, fica clara a necessidade de se estudar alternativas que contribuam à sustentabilidade da indústria da construção com uma visão holística.

Dentro desse contexto, a Região sul do país não dispõe hoje exceto a cinza volante, de outras adições em quantidades suficientes, como a escória de alto forno, disponível em outras regiões, para a produção necessária à demanda de cimento

nesta região. A única alternativa atual é a produção do cimento tipo CP II F que não contém adição ativa, somente o teor máximo de material carbonático de 6% a 10% conforme a NBR11.578. Portanto, o cimento tipo CP II F não contribui energeticamente e ecologicamente às tendências atuais e apresenta-se antagônico à sustentabilidade.

Nasce desta deficiência a possibilidade do uso de pozolanas artificiais obtidas através da calcinação de argilas. Essa iminente possibilidade se torna atrativa por dois fatores principais: o primeiro está relacionado ao consumo de energia para a fabricação, que para o clínquer são necessários em média no Brasil, 825 Kcal/kg de energia (SNIC,2008), enquanto a calcinação de argilas consome entre 450 e 650 kcal/kg (ZAMPIERI,1993); e o segundo fator é a redução da emissão de gás carbônico, que não ocorre na calcinação das argilas, pois não possuem teores significantes de carbonatos em sua composição química.

Segundo Zampieri (1993), do ponto de vista econômico, as vantagens do uso de pozolanas não se limitam a substituição de uma parcela de clínquer por um material de menor custo. Ganhos adicionais são registrados em função do aumento de produtividade (maior quantidade de cimento por tonelada de clínquer) além do prolongamento da vida útil dos equipamentos e das jazidas de calcário.

A disponibilidade restrita das cinzas volantes, condicionada pela disposição e operação das termelétricas movidas à carvão mineral e a ocorrência pouco expressiva de pozolanas naturais no Brasil, fazem da ativação térmica de argilas uma das opções mais interessantes para a fabricação de cimentos pozolânicos e cimentos compostos. As barragens de Jupiá, Ilha Solteira, Capivara, Água Vermelha e Tucuruí são exemplos de obras importantes que utilizaram as argilas calcinadas no país (ZAMPIERI,1993).

## 1.2. OBJETIVOS.

O principal objetivo desta pesquisa é identificar a possibilidade do uso de argilas calcinadas da região de Curitiba-PR, para a produção de cimentos pozolânicos (CP IV) e cimentos compostos (CP II Z e CP V ARI RS). Dentre os objetivos, os principais estão relacionados a seguir:

- Desenvolver um procedimento de ensaio para avaliar a pozolanicidade de pequenas amostras de argilas calcinadas, ou seja, propor um



método de medir a pozolanicidade de argilas calcinadas e/ou outros materiais de maneira eficiente, tendo como limitante a dificuldade de geração de quantidades suficientes de amostras controladas para estudo das resistências em corpos-de-prova padronizados (5 x 10 cm), substituindo-os por corpos-de-prova com 1/8 do volume destes.

- Rastrear algumas jazidas de argilas na região metropolitana de Curitiba próximas à fábrica da Cia. de Cimento Itambé em Balsa Nova, e avaliar sua potencialidade de uso como pozolana segundo parâmetros químicos conhecidos.
- Avaliar os efeitos de pozolanicidade através da metodologia proposta de ensaios para diferentes temperaturas de queima.
- Avaliar os efeitos de pozolanicidade através da metodologia proposta para diferentes graus de finura e/ou moagem das argilas calcinadas.
- Avaliar os efeitos de pozolanicidade através da metodologia proposta para diferentes teores de substituição do cimento CP II F 32 da Cia de Cimento Itambé por argilas calcinadas.

A investigação da mineralogia e dos mecanismos de ativação e reação das pozolanas de argilas calcinadas é complexa e não faz parte dos objetivos deste trabalho.

## 1.3 JUSTIFICATIVAS

### 1.3.1 Justificativas sociais

Isaia (2001), afirma que do ponto de vista da infra estrutura, o mundo necessitará de grandes quantidades de materiais estruturais. Em vários pontos do mundo, além das obras residenciais, comerciais e industriais, as obras de infra estrutura urbana são necessárias para o conforto mínimo da população.

Outro fator importante é a explosão da população urbana, e a região sul do Brasil não é diferente das demais. Esse fenômeno causa o aumento dos bairros pobres, problemas de transporte de massa, uma grave escassez de habitações, energia elétrica, abastecimento de água e redes de coleta e tratamento de esgoto.

Desta forma, o cenário que se apresenta aponta para a necessidade do uso mais eficiente dos recursos naturais da região e de maneira auto-sustentável.

Disponibilizar uma alternativa para a indústria paranaense do cimento e do concreto é importante, melhorando sua capacitação técnica, reduzindo custos de produção e das soluções finais assim como é também essencial propor uma alternativa comercial para a obtenção de produtos e soluções econômicas para melhoria da infra-estrutura urbana necessária.

### 1.3.2 Justificativas ambientais

A utilização de adições na fabricação do cimento possibilita: o uso de menor quantidade de recursos naturais como o calcário para a produção do clínquer; menor consumo de energia térmica para a queima; e menor consumo de energia elétrica na moagem, além da redução da emissão de CO<sub>2</sub> na atmosfera.

O contexto econômico do Brasil apresenta expectativa do aumento do consumo de cimento (IBGE, 2010) e (SINDUSCON, 2009) e especificamente na Região Sul do país, do uso de cimentos compostos dos tipos CP II Z, CP IV POZ e CP V ARI RS com adição de cinzas volantes. Essas são originadas da queima do carvão em termelétricas em Santa Catarina e representam hoje a única alternativa de adições para a produção de cimento na região. Soma-se a essa condição o fato de que a gestão energética do país, prioriza o uso das hidrelétricas. Desta forma, fica clara a necessidade de se estudar alternativas que representem a continuidade da atividade com uma visão holística.

Portanto, é de fundamental importância o estudo de materiais de adição na produção do cimento que possam garantir o atendimento da demanda crescente porém sem aumentar o impacto ambiental regional e também global assim como da necessidade de energia. Esse contexto é ratificado pela ANEEL-2009, que não tem expectativas de licitações futuras para a construção de outras unidades térmicas a base de carvão no país.

### 1.3.3 Justificativas Tecnológicas

Não só pelas questões ambientais, o uso das pozolanas é crescente e segundo Mielenz, *apud* Santos (1992), proporcionam vantagens técnicas como:

- Melhoria da reologia do concreto no estado fresco, melhorando a sua coesão e diminuindo a tendência de segregação dos materiais, mesmo quando aumentada a sua plasticidade.

- Diminui a permeabilidade do concreto, pois preenchem os poros capilares com partículas finas, denominado de efeito filer assim como reagem com o hidróxido de cálcio transformando em um silicato insolúvel.
- Aumento das resistências mecânicas.
- Reduzem o calor de hidratação, pois reduz a quantidade de compostos exotérmicos do cimento, o que é de suma importância em obras de grandes volumes maciços.
- Aumento da resistência ao ataque químico de águas sulfatadas e ataques por cloretos.
- Inibição ou redução das reações álcali-agregado (RAA).

Além das vantagens inerentes às características intrínsecas do concreto, tem-se ainda a relativa facilidade na obtenção das argilas calcinadas em instalações industriais de baixa complexidade, pois requerem apenas um aquecimento controlado por um período curto de tempo. Pode-se também acrescentar às vantagens técnicas a maior facilidade de moagem das argilas calcinadas comparadas à moagem do clínquer o que significa maior durabilidade das instalações de moagem e menores custos de operação e manutenção (ZAMPIERI,1993).

#### 1.3.4 Justificativas econômicas

A redução do consumo de cimento em obras de concreto maciço como em barragens tem efeito significativo em termos econômicos, pois se substitui em até 50% o teor de clínquer do cimento por pozolanas, conforme prevê a NBR 5736 – Cimento Portland Pozolânico.

Intimamente relacionado ao fator econômico está o consumo de energia, pois se para produzir o clínquer se necessita atingir 1450 graus Celsius e em média consome-se 825 Kcal/kg de energia segundo levantamento de 2003, feito pelo SNIC, a calcinação de argilas caulínicas consomem entre 450 e 650 kcal/kg para atingir 650°C a 900°C (ZAMPIERI,1993), ou seja uma redução entre 21% a 45%, o que pode representar entre 10 a 23% de redução de energia térmica total por tonelada de cimento.

Outro fator importante é o significativo aumento da durabilidade das estruturas feitas com cimentos pozolânicos (MEHTA e MALHOTRA, 2008), o que representa economia na manutenção das estruturas.

#### 1.4 ESTRATÉGIA E MÉTODO

O trabalho é uma pesquisa aplicada, exploratória e experimental desenvolvida em laboratório. A parte experimental foi desenvolvida nos Laboratórios cedidos pela Cia. de Cimento Itambé, pela Concrebras e no Laboratório de Minerais da UFPR – LAMIR.

O estudo inicia com a prospecção de algumas jazidas identificadas com o auxílio da empresa PROGEO assim como de outras áreas de interesse da Cia de Cimento Itambé devido à proximidade. No total foram colhidas 11 amostras de argilas.

Para caracterização foram feitos ensaios de análise química por fluorescência de Raio X assim como análise termo gravimétrica e termo diferencial (TGA/TDA) com intuito de estimar os teores de caulinita.

Para validação do método proposto, foram feitos ensaios comparativos entre os corpos-de-prova cilíndricos padronizados (5 x 10 cm) e os corpos-de-prova propostos com dimensão (2,5 x 5 cm) equivalente a 1/8 do volume padrão.

Após uma classificação de acordo com os teores estimados de caulinita, foram selecionadas três argilas para serem submetidas aos ensaios de pozolanidade segundo o método ABNT – NBR 5752-Materiais pozolânicos – Determinação de atividade pozolânica com cimento Portland – Índice de atividade pozolânica com cimento. ABNT (1992).

Cada argila foi calcinada em três temperaturas pré-definidas e depois moída em três graus de finura formando então uma matriz de 27 amostras com diferentes características.

Para cada uma das 27 amostras foram moldados 20 corpos-de-prova para serem rompidos 5 exemplares em cada idade de 7, 28, 63 e 91 dias, totalizando 2.700 cp(s).

A estratégia está diretamente relacionada à análise de dados quantitativos através de técnicas estatísticas de análise de variâncias (ANOVA) e análise múltipla das médias (AMM).

A análise das variâncias (ANOVA) permitirá a obtenção das significâncias de cada fator escolhido no escopo do trabalho.

## 1.5 CONSIDERAÇÕES PARA O DESENVOLVIMENTO DO ESTUDO.

A estratégia do estudo foi estabelecida com o fundamento principal da busca por argilas que pudessem apresentar propriedades pozolânicas após calcinação e que fossem preferencialmente constituídas por caulinitas. As argilas constituídas por caulinita apresentam um comportamento térmico característico (GARDOLINSKI, 2003) e podem ser identificadas pelo pico endotérmico em 529 °C, (perda de massa na curva do ensaio termo-gravimétrico e absorção de calor na curva do ensaio termo-diferencial) o que corresponde ao processo de desidroxilação, ou seja, perda de íons (OH). A desidroxilação da caulinita forma o metacaulim que possui propriedades pozolânicas.

Material pozolânico é o material silicoso ou silico-aluminoso que não adquire resistência quando misturado a água por si só, ou seja, não possui propriedade cimentícia. Mas quando finamente moído e na presença de água e hidróxido de cálcio (cal livre), reage formando compostos com propriedades cimentantes (NBR 12.653 - ABNT, 1992).

Metacaulins são adições minerais alumino-silicosas, obtidas pela calcinação de algumas argilas cauliniticas e caulins ( $\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4$ ) entre 600 e 900°C. Nessa temperatura ocorre a remoção dos íons hidroxila (OH) da sua estrutura cristalina (desidroxilação), provocando a destruição do seu arranjo atômico. Desta forma, resulta um componente amorfo de grande instabilidade química denominada metacaulinita ( $\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_7$ ), responsável pela formação de silicato hidratado de cálcio quando em contato com o  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  (CALDARONE, 1994) e (SOUZA, 2003).

## 1.6 ABRANGÊNCIA DO TRABALHO

- Comparar o método proposto de ensaio de resistência à compressão com corpos-de-prova de 2,5 x 5 cm com os resultados de corpos-de-prova padrão 5 x 10 cm. Avaliar a eficiência do processo de mistura, composição da argamassa, moldagem, adensamento, desforma e cura dos corpos-de-prova 2,5 x 5 cm, identificando possíveis falhas ou melhorias do método proposto.

- Identificar a possibilidade do uso de argilas calcinadas da região de Curitiba-PR, para a produção de cimentos pozolânicos (CP IV) e cimentos compostos (CP II Z e CP V ARI RS) na Cia de Cimento Itambé.
- Avaliar através dos índices de atividade pozolânica em idades entre 7 e 91 dias, as argilas com tratamento térmico em várias temperaturas, moagem em diferentes graus, visando substituição do cimento em dosagens progressivas.
- Identificar os efeitos de cada fator controlado, o que pode servir de base para estudos de viabilidade econômica e dimensionamento de instalações industriais para a produção comercial de pozolanas artificiais na Cia. de Cimento Itambé na região de Curitiba-PR.
- Contribuir para futuros estudos de laboratório com um método para avaliação da pozolanicidade visando facilitar a obtenção de resultados preliminares de uma forma técnica e economicamente viável dentro dos aspectos de prazo, disponibilidade de equipamentos, recursos de laboratório e custos.

## 1.7 ESTRUTURA DO TRABALHO

No capítulo 1 são apresentados os aspectos relativos à busca pela sustentabilidade da produção de cimento e a estrutura do trabalho.

No capítulo 2, é feito um breve histórico da origem do cimento Portland assim como um resumo do processo de sua fabricação. Neste capítulo são relatadas as primeiras fábricas no Brasil, o estágio do consumo de energia e volumes da produção nacional. Também são feitas algumas considerações sobre a química particular do cimento, os compostos principais e seus efeitos no comportamento do cimento durante sua hidratação e dos mecanismos de hidratação do cimento.

No capítulo 3 são tratados os materiais pozolânicos, desde as suas origens, classificações e os métodos para avaliação da atividade pozolânica assim como o histórico da utilização de argilas calcinadas e os efeitos no concreto. Neste capítulo também são descritas a caulinita e o metacaulim, o princípio de ação com o cimento Portland, as características químicas e físicas do metacaulim assim como é descrito detalhadamente o comportamento térmico da caulinita, os ensaios específicos de

caracterização e o modelo para calcular uma estimativa do teor de caulinita nas argilas.

No capítulo 4 é descrito o programa experimental, relacionando as etapas do trabalho de amostragem, ensaios de laboratório, escolha das argilas para os testes de pozolanicidade e a descrição do método proposto com o uso de corpos-de-prova reduzidos. Nesse capítulo são apresentadas as variáveis controladas e a variável de resposta assim como o seu modelo estatístico. Também são tabeladas as matrizes principais das combinações dos fatores, os quantitativos dos materiais necessários para os ensaios e os resultados dos ensaios de caracterização do cimento e das argilas utilizadas na pesquisa.

No capítulo 5 são apresentados os resultados comparativos entre os tamanhos de corpo-de-prova (5x10cm) e (25x50mm), seguindo com os procedimentos de coleta das amostras e resultados dos ensaios químicos e físicos das argilas preparadas obedecendo a matriz dos fatores controlados. Na sequência são apresentados os resultados físicos após peneiramento de cada argila classificada conforme seu grau de finura. Nesse capítulo são apresentados alguns detalhes sobre a moldagem dos corpos-de-prova (25x50mm), o tanque de cura térmica, a preparação da argamassa, adensamento, identificação, cura, medição das dimensões, capeamento e rompimento dos corpos-de-prova.

No capítulo 6 são feitas as análises estatísticas pela variância com a tabela (ANOVA) e pela análise múltipla das médias (AMM) identificando os fatores significativos em todas as idades de ensaio. Também são apresentados os gráficos dos índices de pozolanicidade de cada combinação dos fatores controlados e relatadas algumas conclusões importantes em cada combinação.

No capítulo 7 são apresentadas as principais conclusões do estudo, desde a análise do método proposto, a análise da viabilidade técnica da obtenção da pozolana com as argilas estudadas assim com alguns comentários e sugestões para estudos futuros.

## CAPÍTULO 2 – CIMENTO PORTLAND

### 2.1 HISTÓRICO

O cimento Portland pode ser definido de uma forma simples, porém pouco precisa, como sendo uma mistura moída de silicatos e aluminatos de cálcio que, após a adição de água, reage com ela formando um material resistente e insolúvel em água segundo Santos (1968).

Os primeiros cimentos pozolânicos foram usados na antiguidade clássica pelos Gregos e Romanos, misturando tufo vulcânico com cal e água. Algumas construções feitas com esse material continuam estáveis até o presente. Em 1824, o inglês Joseph Aspdin patenteou um cimento artificial obtido pela calcinação de um calcário argiloso o qual denominou de “cimento Portland” devido a semelhança que tinha com as pedras da ilha de Portland após ter sido hidratado. Esta patente foi base da indústria de cimento Portland até hoje (NEVILLE,1997)

Em sua fabricação, os componentes da matéria prima (basicamente calcário e argila) se fundem a temperatura de até 1450°C transformando-se quimicamente em várias fases durante o processo de aquecimento, resultando em diversos compostos, conforme apresentado no diagrama da figura 1.

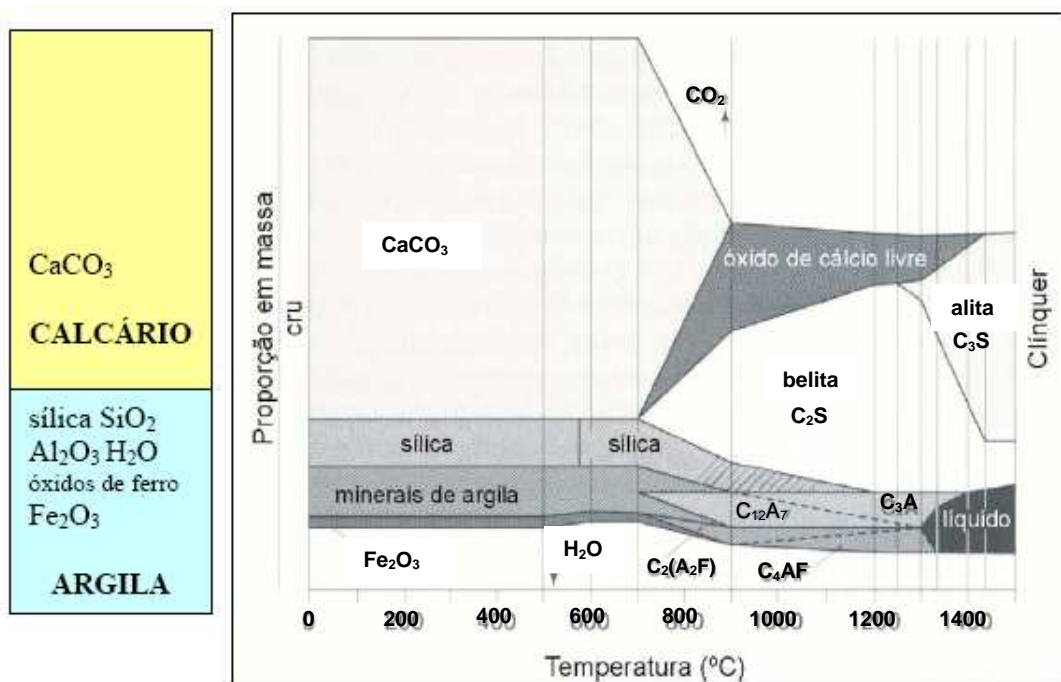


Figura 1 – Diagrama de formação dos compostos do cimento durante a clínquerização (COUTINHO,2006)



A fabricação do cimento atualmente é feita em fornos rotativos com comprimentos de 40 a 50 metros com diâmetro de 2,5 a 6 metros, sendo revestidos por material refratário e com rotação de 0,5 a 2 rpm. A temperatura interna é da ordem de 1450°C, onde permanece o clínquer por um tempo de uma a três horas segundo Coutinho (2006).

Para a fabricação do clínquer Portland, a matéria prima deve conter em sua composição química os óxidos principais do clínquer, que são: CaO, SiO<sub>2</sub>, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> e Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Raramente esses componentes são encontrados em uma única rocha em proporções adequadas. Por isso, é necessário empregar misturas de dois ou mais tipos de rochas. O calcário entre 75% a 80%, a argila e quartzito complementando são as matérias primas comuns do clínquer. Eventualmente são adicionados corretivos como o minério de ferro, areia, bauxita, etc. As etapas relacionadas às matérias primas são: extração, britagem, pré-homogeneização, moagem e homogeneização, que permitem que o material resultante, a farinha, apresente a composição química preestabelecida, a finura e a homogeneidade adequadas (COUTINHO,2006).

Dois tipos principais de processo de calcinação do clínquer eram empregados: o processo via úmida, onde a farinha era homogeneizada com adição de água, não é mais utilizado devido ao seu maior custo e o processo via seca, ainda que mais complexo, consome cerca de metade da energia calorífica do que o via úmida. Um forno moderno é constituído por um conjunto de ciclones (pré-aquecedores), um maçarico secundário (pré-calcinador), responsável pela decarbonatação do calcário, um forno rotativo com o maçarico principal e um resfriador industrial no final do processo de clínquerização segundo Coutinho (2006).



Figura 2 – Foto do clínquer em estado solto.

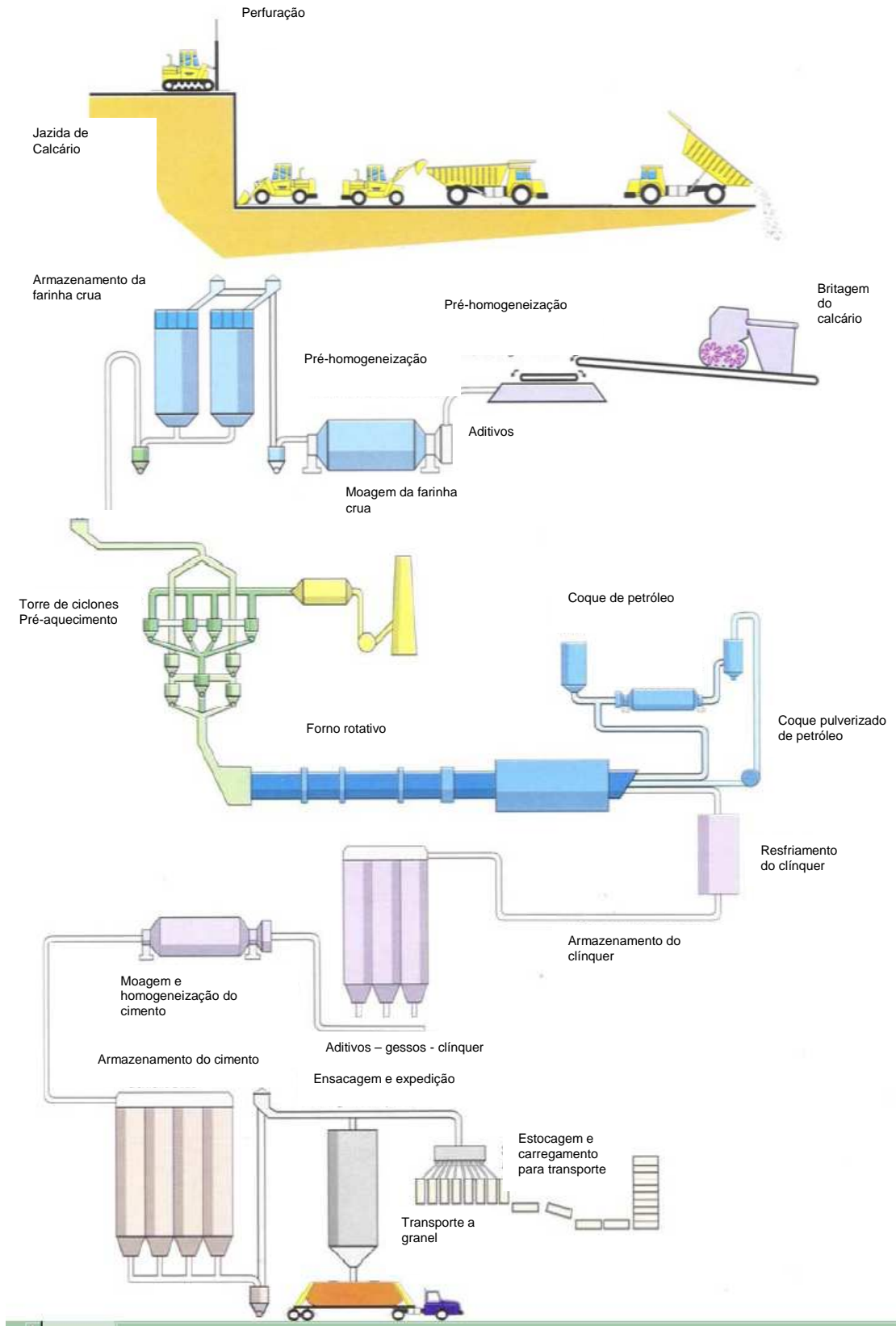


Figura 3 – Fluxograma do processo por via seca da fabricação do cimento - Fonte: CIMPOR.

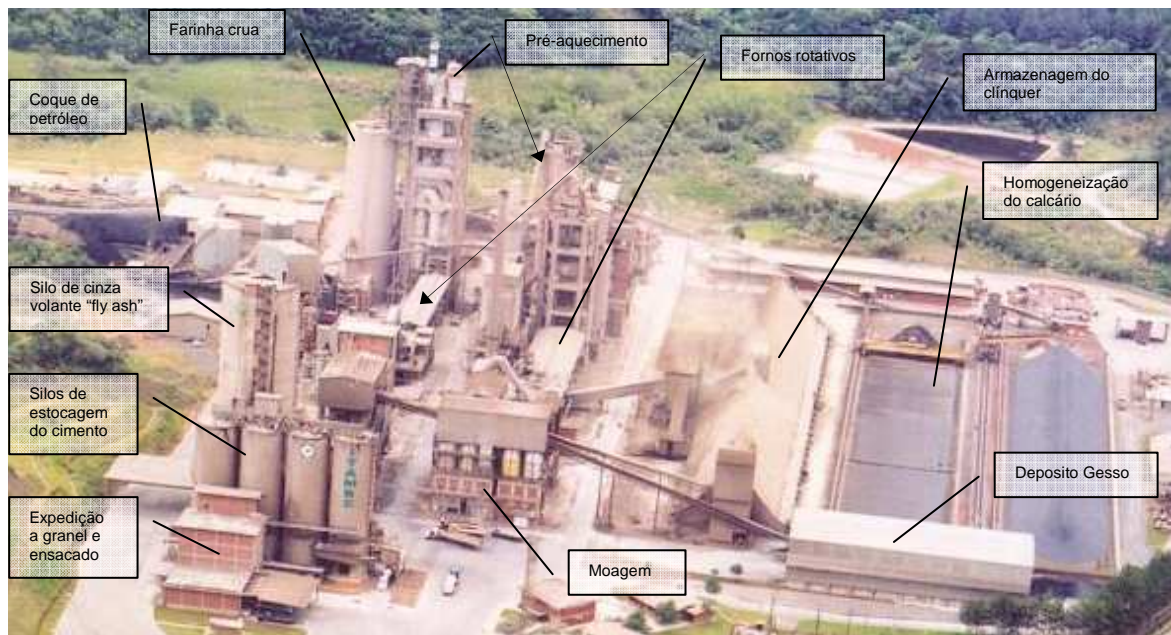


Figura 4 – Vista aérea da fábrica de cimento da Cia. de Cimento Itambé – Brasil. Foto cedida pela Cia Itambé.

As primeiras tentativas de fabricar o cimento Portland no Brasil datam de 1888, quando o engenheiro Louis Felipe Alves da Nóbrega, na ilha de Tiriri, na Paraíba, e o Comendador Antônio Proost Rodovalho, Santo Antônio, em São Paulo, empenharam-se em dois projetos de implantação de fábricas de cimento no país. Porém devido ao desconhecimento tecnológico as fábricas funcionaram por alguns meses apenas. Somente em 1925 após incentivos do governo foi estabelecida a fábrica de Perus, em São Paulo e assim iniciou definitivamente a fabricação do cimento no Brasil (ZAMPIERI,1993). Hoje o parque industrial é constituído de dez grupos empresariais que dispõem de 57 fábricas distribuídas em todo o território nacional (SNIC,2008).

Em 2007 o consumo “per capita” de cimento no Brasil foi de 243 kg/hab segundo o relatório anual do SNIC-2008. A produção nacional em 2006 foi de 42,4 milhões de toneladas e está em décimo lugar dos países produtores no mundo, assim como representa menos de 2% da produção mundial de cimento (SNIC,2008).

No processo de fabricação de cimento no Brasil o consumo específico de energia térmica, em 2003 foi de 825 kcal/kg de clínquer, e o consumo específico de energia elétrica, foi de 107 kWh/ton segundo o SNIC-2008.

O Brasil possui um dos menores fatores de emissão de CO<sub>2</sub> do mundo, com uma taxa de 610 kg de CO<sub>2</sub> / tonelada de cimento, abaixo de países como a

Espanha com 698 kg/t, da Inglaterra com 839 kg/ton e China com 848 kg/ton (SNIC,2008). A indústria do cimento representa cerca de 5% das emissões antrópicas de CO<sub>2</sub> na atmosfera (MEHTA e MONTEIRO,2008). Nos últimos 30 anos a produção cresceu em média 14% ao ano saindo de 9 milhões de toneladas em 1970 e alcançando hoje a ordem de 60 milhões de toneladas. A região sul contribui cerca de 15% da produção nacional de cimento segundo o SNIC-2008.

## 2.2 QUÍMICA DO CIMENTO

Na química do cimento os compostos básicos têm a sua abreviação definida da seguinte forma, tabelas 1, 2 e 3.

TABELA 1 – Notação abreviada dos compostos do cimento

Composto	Notação Abreviada
CaO	C
SiO <sub>2</sub>	S
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	A
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	F

TABELA 2 – Notação abreviada dos compostos hidratados do cimento

Composto	Notação Abreviada
H <sub>2</sub> O	H
SO <sub>3</sub>	Ŝ

TABELA 3 – Compostos básicos do cimento Portland

Composto	Fórmula Química	Notação Abreviada	Teor médio	Nome
Silicatos dicálcicos	2CaO.SiO <sub>2</sub>	(C <sub>2</sub> S)	10% a 55%	Belita
Silicatos tricálcicos	3CaO.SiO <sub>2</sub>	(C <sub>3</sub> S)	20% a 65%	Alita
Aluminato tricálcico	3CaO.Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	(C <sub>3</sub> A)	0% a 15%	
Ferro aluminato tetracálcico	4CaO.Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> .Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	(C <sub>4</sub> AF)	5% a 15%	Celita
Óxido de magnésio livre	MgO			
Sulfato de Cálcio	CaSO <sub>4</sub>			Gesso

Alguns parâmetros químicos foram estabelecidos ao longo da história da fabricação do cimento e são conhecidos como módulos químicos. Dentre eles, os

mais usuais são o fator de saturação em cálcio (FSC), o Módulo Hidráulico, Módulo de Sílica (MS) e o módulo de Alumina (MA) segundo Centurione (1993),(Tabela 4).

TABELA 4– Módulos químicos básicos do cimento Portland

Módulo Químico	Equação (CENTURIONE,1993)	Limites
Módulo Hidráulico	$\frac{\text{CaO}}{(\text{SiO}_2 + \text{Al}_2\text{O}_3 + \text{Fe}_2\text{O}_3)}$	$1,7 \leq \text{MH} \leq 2,3$
Módulo de Sílica	$\frac{\text{SiO}_2}{(\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{Fe}_2\text{O}_3)}$	$2 \leq \text{MS} \leq 3$
Módulo de Alumina ou de Fundentes	$\frac{\text{Al}_2\text{O}_3}{(\text{Fe}_2\text{O}_3)}$	$1,5 \leq \text{MA} \leq 2,5$
Fator de Saturação em Cálcio	$\frac{\text{CaO}}{(2,8 \cdot \text{SiO}_2 + 1,18 \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 + 0,65 \cdot \text{Fe}_2\text{O}_3)}$	$0,9 \leq \text{FSC} \leq 0,98$

As propriedades do cimento Portland estão relacionadas ao teor de seus compostos (Figura 5), e é difícil obter alguma conclusão com os óxidos apenas. É prática comum na indústria do cimento calcular os teores dos compostos básicos a partir dos óxidos utilizando-se as equações desenvolvidas por R.H Bogue. As equações de Bogue para estimar a composição teórica ou potencial dos compostos do cimento Portland são as seguintes, (Tabela 5).

TABELA 5 – Compostos básicos do cimento Portland

Composto	Equação de Bogue (NEVILLE,1997)
(C <sub>2</sub> S)	$\%C_2S = 2,867 \cdot S - 0,7544 \cdot C_3S$
(C <sub>3</sub> S)	$\%C_3S = 4,071 \cdot C - 7,6 \cdot S - 6,718 \cdot A - 1,43 \cdot F - 2,85 \cdot \hat{S}O_3$
(C <sub>3</sub> A)	$\%C_3A = 2,65 \cdot A - 1,692 \cdot F$
(C <sub>4</sub> AF)	$\%C_4AF = 3,043 \cdot F$

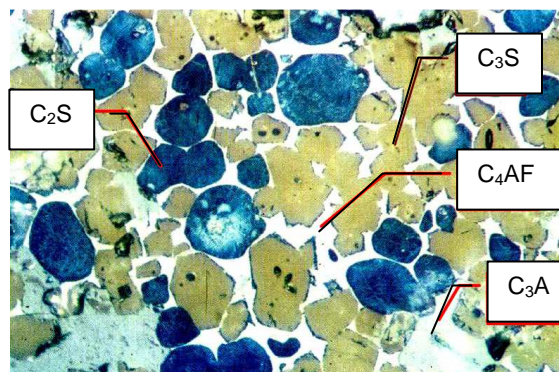


Figura 5 –Micrografia ótica do clínquer de cimento portland - Donald A. St.John , Alan W. Poole, and Ian Sims (1998)



### 2.2.1 Pega do cimento.

O termo: “pega” se refere à fase inicial de endurecimento da pasta de cimento. O início desta fase, denominado de início de pega, marca o estado em que a pasta perde a plasticidade e se torna não trabalhável. Da mesma forma as operações de lançamento, adensamento e acabamento dos concretos e argamassas podem ser orientadas através deste indicador. O tempo de pega é determinado nas normas brasileiras pelo aparelho de Vicat, que mede o tempo após a adição de água na pasta, quando uma agulha de 1 mm<sup>2</sup> de área fica a 4 mm do fundo de um recipiente padrão sob a força exercida por 300 g de massa.

### 2.2.2 Efeito dos compostos na hidratação do cimento.

A taxa de reatividade de cada composto com a água varia consideravelmente e desta forma cada característica na fase de pega e endurecimento é afetada pela proporção desses compostos. As resistências iniciais são potencializadas pelos C<sub>3</sub>S e C<sub>3</sub>A assim como as resistências finais serão aumentadas se o teor de C<sub>2</sub>S for maior (NEVILLE, 1997)

Aumentando-se a finura do cimento, medida pela área específica Blaine de 3.000 cm<sup>2</sup>/g para 5.000 cm<sup>2</sup>/g por exemplo, pode-se aumentar as resistências de 1 dia em até 100%, aos três dias em até 60% e aos 28 dias em até 40%. A finura do cimento é facilmente controlada pelo peneiramento nas malhas padrões de 75 µm (#200) e 45 µm (#325). Geralmente se considera que as partículas com dimensão acima de 45 µm tem hidratação lenta e acima de 75 µm podem ficar inertes indefinidamente (COUTINHO, 2006)

Cada composto do cimento apresenta um efeito sobre a hidratação ou características da pasta resultante. Assim, podem ser mencionadas os seguintes compostos e efeitos principais:

C<sub>3</sub>A – (Aluminato tricálcico) - Promove a pega rápida ou instantânea; para evitar a pega instantânea é adicionado o gesso (CaSO<sub>4</sub>.2H<sub>2</sub>O) que reage com o C<sub>3</sub>A formando sulfoaluminato de cálcio insolúvel; também é responsável pelo aumento do calor de hidratação; é um dos responsáveis pela formação de etringita (sulfoaluminato de cálcio expansivo) quando o concreto está

exposto ao ataque de sulfatos; dificulta ou reduz a atividade das pozolanas, pois ao hidratar-se fixa o hidróxido de cálcio. Os cimentos resistentes a sulfatos devem possuir baixo teor de  $C_3A$ ; é o maior responsável pelo calor de hidratação, pois libera cerca de 320 cal/g segundo Mehta (1994);

CH -  $(Ca(OH)_2)$  – (Hidróxido de cálcio) – Resultante principalmente da reação de hidratação do  $C_3S$  e  $C_2S$  podem proporcionar condição favorável para a formação dos sulfoaluminatos de cálcio expansivo (etringita) quando exposto a ambientes sulfatados; podem colaborar com as reações do álcali do cimento com a sílica reativa dos agregados.

$C_3S$  – Silicato tricálcico ou alita – possui uma velocidade média de reação com a água, contribui para as resistências iniciais e finais e libera durante a hidratação quantidade média de calor, 120 cal/g segundo Neville (1997);

$C_2S$  – Silicato dicálcico ou belita, tem como características a velocidade lenta de reação com a água, pequena contribuição para as resistências iniciais, excelente participação nas resistências finais e possui baixo calor de hidratação (MEHTA, 1994);

$C_4AF$  – Ferroaluminato de cálcio ou ferrita, possui uma velocidade média de reação com a água, contribui para a resistência nas primeiras idades e de forma mediana nas idades finais e seu calor de hidratação também é médio, gerando cerca de 100 cal/g;

$Na_2O$  e  $K_2O$  – Álcalis – São compostos secundários do cimento, porém apresentam interesse particular pois reagem com alguns agregados reativos e causam um efeito expansivo de grande magnitude, o suficiente para desagregar totalmente uma estrutura de concreto.

### 2.2.3 Mecanismo de Hidratação do cimento.

Dois mecanismos de hidratação do cimento Portland foram propostos. A *hidratação por dissolução-precipitação* envolve a dissolução de compostos anidros em seus constituintes iônicos, a formação de hidratos em solução e, devido a sua baixa solubilidade, uma eventual precipitação de hidratos resultantes da solução supersaturada. Assim o mecanismo de dissolução-precipitação visa a uma completa reorganização dos constituintes dos compostos originais durante a hidratação.

O segundo mecanismo proposto é chamado *topoquímico ou hidratação no estado sólido* do cimento. As reações acontecem diretamente na superfície dos compostos do cimento anidro sem que os compostos entrem em solução (MEHTA e MONTEIRO, 1994).

A partir de estudos de microscopia eletrônica de pastas de cimento, segundo Mehta e Monteiro (1994), nota-se que o mecanismo de dissolução-precipitação é dominante nos estágios iniciais da hidratação. Em estágios posteriores, quando a mobilidade iônica na solução se torna restrita, a hidratação na partícula residual de cimento pode ocorrer por reações no estado sólido (reação topoquímica).

A hidratação da alita ( $C_3S$ ) e belita ( $C_2S$ ) no cimento produz uma família de silicatos de cálcio hidratados estruturalmente denominados genericamente por C-S-H (Zampieri, 1989; Mehta & Monteiro, 1994).

Os cálculos estequiométricos mostram que a hidratação completa do  $C_3S$  produz 61% de Silicato hidratado de cálcio (C-S-H) e 39% de cal livre “Hidróxido de cálcio” (CH) e o  $C_2S$  gera 82% de C-S-H e 18% de CH - hidróxido de cálcio livre ou portlandita (Figura 6) (NEVILLE, 1997). Considerando-se que o CH contribui pouco para a resistência mecânica da pasta de cimento, sendo também de maior solubilidade, lixiviação e carbonatação, espera-se que a resistência mecânica final, e a durabilidade da pasta endurecida, frente aos ataques químicos de águas ácidas e sulfatadas, sejam menores para um cimento com alto teor de  $C_3S$  e maiores com cimentos com alto teor de  $C_2S$  (MEHTA e MONTEIRO, 2008).

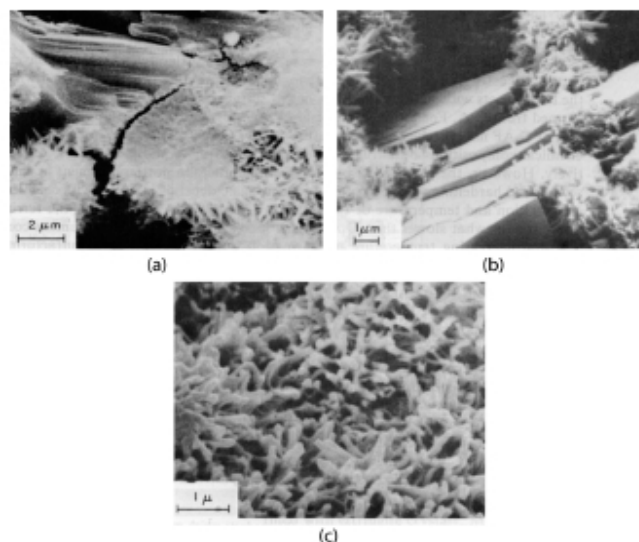


Figura 6 – Micrografia eletrônica de varredura de uma pasta com três dias. Cristais de hidróxido de cálcio são hexagonais e maciços (Portlandita) e os cristais de C-S-H têm morfologia fibrosa (MEHTA e MONTEIRO, 2008).



A reação do  $C_3A$  com água é imediata. Formam-se rapidamente hidratos cristalinos, tais como  $C_3AH^{\cdot}$ ,  $C_4AH_9$  e  $C_2AH$ , com liberação de calor em grande quantidade (MEHTA & MONTEIRO, 2008). Dessa reação resulta o enrijecimento imediato da pasta, conhecido como pega instantânea. Para evitar que isso ocorra, adiciona-se sulfato de cálcio (gesso) em proporções adequadas.

O gesso ( $CaSO_4 \cdot 2H_2O$ ) é utilizado como retardador da pega do cimento atuando segundo uma teoria como redutor da solubilidade do  $C_3A$ . O produto cristalino dessa precipitação é o trissulfoaluminato de cálcio hidratado (etringita – pequenas agulhas prismáticas) ou o monossulfoaluminato de cálcio hidratado (placas hexagonais delgadas).

Segundo Paulon (2005), a hidratação do cimento pode ser representada esquematicamente nas seguintes etapas:

- Etapa 1 – após o contato do cimento anidro com a água ocorrem:
  - Dissolução do gesso
  - Início precoce de hidratação dos silicatos de cálcio (formação de uma membrana semi-impermeável de C-S-H) e dos aluminatos de cálcio.
- Etapa 2 – Os primeiros cristais passíveis de serem detectados pela difratometria de Raio X são os de etringita ( $C_3A_3CS.H_{32}$ ) e o monossulfoaluminato ( $C_3A_3CS.H_{12}$ ) e em seguida os aluminatos hidratados.
- Etapa 3 - Por serem os íons silicatos pouco móveis, o crescimento do C-S-H fica limitado às vizinhanças do envelope inicial dos grãos anidros. Nesse mecanismo, a portlandita se forma por uma reação do tipo dissolução-germinação-crescimento. Os compostos hidratados da pasta não são puros, contêm íons alheios que podem, algumas vezes, servir de núcleo de cristalização de outros hidratos. Os estudos morfológicos da pasta de cimento permitem esquematizar o desenvolvimento de sua estrutura; reagrupando os diferentes esquemas propostos.

## CAPÍTULO 3 – ADIÇÕES MINERAIS

### 3.1 POZOLANAS.

Pozolanas são todos os silicatos e aluminosilicatos reativos naturais ou artificiais, predominantemente na forma vítrea, que se solubilizam em meio alcalino e reagem em solução com íons  $\text{Ca}^{2+}$ , levando à precipitação de silicatos de cálcio hidratados. As pozolanas isoladamente não possuem capacidade aglomerante e necessitam de uma fonte de cálcio. Elas podem ser naturais como as cinzas vulcânicas e as terras diatomáceas, ou originadas de algum processamento industrial, como a cinza volante “fly ash” originada na queima do carvão mineral em termelétricas, a sílica ativa captada nos eletrofiltros na fabricação de ligas de silício, a cinza da casca de arroz e as argilas calcinadas (SOUZA, 2003).

O material pozolânico é definido pela ASTM C618 (1991) e pela NBR 12.653 (ABNT,1992) como material silicoso ou silico-aluminoso que por si só não possui propriedade cimentícia (não adquire resistência quando misturado a água), mas quando finamente moído e na presença de água e hidróxido de cálcio, reage formando compostos com propriedades cimentantes. A NBR 12653 classifica as pozolanas de acordo com sua origem em: naturais (materiais de origem vulcânica com teor de  $\text{SiO}_2$  acima de 65%); artificiais (materiais provenientes de tratamento térmico como argilas calcinadas, cinzas volantes, cinza de casca de arroz, sílica ativa e outros).

### 3.2 CLASSIFICAÇÃO DAS ADIÇÕES MINERAIS.

As adições minerais podem ser classificadas segundo o RILEM(1988) segundo a sua composição química e mineralógica como:

- Cimentante – Escória Granulada de Alto Forno - O material não processado tem dimensão similar a areia. Para uso deve ser moído até partículas menores que  $45 \mu\text{m}$ . É composto na maior parte por silicatos vítreos contendo cálcio, magnésio, alumínio e sílica.

- Cimentante e pozolânico – Cinzas volantes “ Fly ash” – São cinzas obtidas na queima do carvão mineral, e possuem um alto teor de cálcio (>10%). Apresentam pequena quantidade de material cristalino. As partículas de cinza volante são esféricas, apresentando-se em pequenas quantidades como esferas ocas vazias, ou preenchidas com outras micro-esferas. Seu diâmetro varia entre 1  $\mu\text{m}$  a 150  $\mu\text{m}$ , sendo a maior parte maior que 45  $\mu\text{m}$  com uma superfície específica da ordem de 2.000 a 8.000  $\text{cm}^2/\text{g}$ .
- Pozolanas altamente reativas – Sílica Ativa – cinza de casca de arroz e metacaulim (Figura 7) - A sílica ativa é um subproduto resultante do processo de fabricação do ferro silício e silício metálico. A distribuição dos tamanhos das partículas de sílica apresenta a maior parte com dimensões inferiores a 1  $\mu\text{m}$ . Consistem essencialmente de sílica pura na forma amorfa (não cristalina). A cinza da casca de arroz é o material resultante da combustão de casca de arroz, geralmente usada pelas indústrias beneficiadoras de arroz como fonte calorífica na geração de calor e vapor necessários nos processos de secagem e barborização dos grãos (DALMOLIN,2002). São pós extremamente finos consistindo de esferas sólidas de 0,1  $\mu\text{m}$  de diâmetro médio e área específica de 200.000  $\text{cm}^2/\text{g}$ . O metacaulim é uma adição mineral aluminossilicosa, obtida da calcinação de alguns tipos de argilas caulínicas a entre 600°C e 900°C.

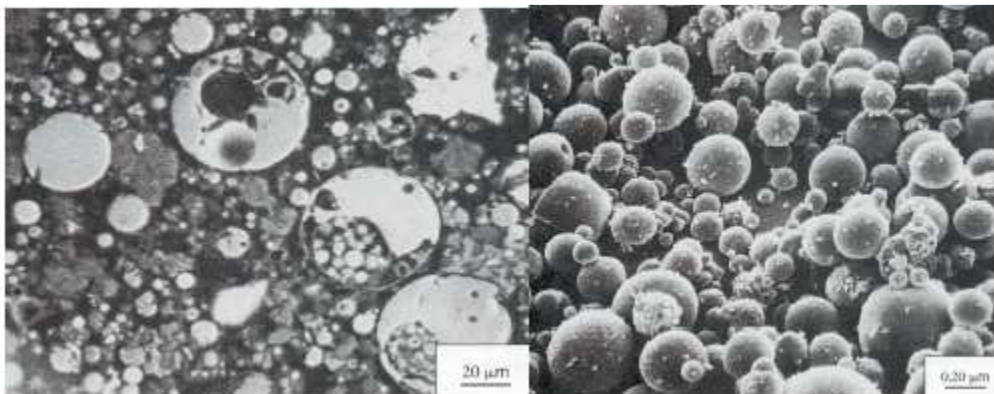


Figura 7 – Morfologia de partículas de cinza e sílica ativa (MEHTA E MALHOTRA, 2008)

- Pozolanas comuns – Cinza volante com baixo teor de cálcio – Na maior parte são silicatos vítreos contendo alumínio, ferro e álcalis. A pequena quantidade de matéria cristalina geralmente consiste em quartzo, mulita, simanita, hematita e magnetita. Apresenta entre 15 a 30% de partículas maiores que 45 µm.

### 3.3 CLASSIFICAÇÃO DAS POZOLANAS NATURAIS PELA ATIVIDADE.

Segundo Santos (1968) as pozolanas naturais podem ser classificadas em grupos, em função do seu grau de pozolanicidade, apresentado na Tabela 4, assim como classificação segundo sua origem por Coutinho (2006) na Tabela 5.

Tabela 6 – Grau aproximado de pozolanicidade de pozolanas naturais – (SANTOS,1968)

<b>Grau</b>	<b>Componente Ativo</b>	<b>Material Pozolânico</b>
1	Vidro Vulcânico	Pedra-pomes ou pomício riolítico e tufos riolíticos. Tufos e pumicitos dacíticos.
2	Opala	Diatomito. Chert opalino
3 a	Argilas caulínicas	Pumicitos e tufos alterados. Caulins
3 b	Argilas Montmorilonitas	Folhelhos opalinos. Folhelho e argilas bentoníticas. Terras fuller.
3 c	Argilas Ilíticas; micas hidratadas	Folhelhos argilosos; Filitos cerâmicos
3 d	Argilas de camadas mistas e Vermiculitas	Argilas e siltes lacustrinos contendo argilominerais diversos: caulinita; haloisita, montmorilonita, beidelita; nontronita; vermiculita
3 e	Paligorsquita	Argilas paligorsquíticas
4	Zeólitas	Cinzas e tufos zeólitos
5	Hidróxidos de alumínio	Bauxitos e argilas aluminosas
6	Materiais não pozolânicos	Outros.

Tabela 7 – Classificação das argilas segundo Coutinho (2006)

<b>Tipo</b>	<b>Origem</b>
Naturais	Rochas lávicas meteorizadas
	Diatomita
Artificiais	Argilas e xistos calcinados ex. metacaulim
Subprodutos industriais	Cinzas volantes
	Escórias de alto forno
	Sílica ativa
Subprodutos agrícolas	Cinza de casca de arroz

### 3.4 CALCINAÇÃO DAS ARGILAS PARA OBTENÇÃO DE POZOLANA.

Segundo Mielenz *apud* Santos (1968) as argilas para uso como pozolana devem ser calcinadas acima de 550°C para desenvolver atividade pozolânica e diminuir o teor de água no sistema cimento + pozolana.

A atividade da caulinita, da Ilita de argilominerais de camadas mistas, vermiculita e paligorsquita (tabela 6), são desenvolvidas pela formação de substância amorfa (não cristalina) de alto grau de desordem pela desidroxilação dos argilominerais (perda da molécula de água). A máxima atividade pozolânica da caulinita é obtida pela calcinação a temperaturas entre 550°C e 950°C (ZAMPIERI,1993)

A atividade da montmorilonita é desenvolvida por alterações estruturais, porém não por desordem cristalina. A máxima atividade pozolânica da montmorilonita também é obtida pela calcinação a temperaturas entre 550°C e 950°C. A Ilita e os argilominerais de camadas mistas e vermiculitas desenvolvem atividade pozolânica entre 900°C e 950°C (ZAMPIERI, 1993).

Todas as pozolanas de argilas calcinadas necessitam de moagem para obterem uma atividade pozolânica satisfatória segundo Zampieri (1993), Souza (2003) e Malhotra (1995).

Para Zampieri (1993), as argilas com maiores teores de  $Al_2O_3$  resultam num metacaulim com maior atividade pozolânica, pois indicam maiores teores de caulinita que é o argilomineral potencialmente ativado pelo tratamento térmico. Quanto maior

o teor de  $\text{SiO}_2$ , maior é a presença de materiais com pouca atividade pozolânica, como o quartzo (ZAMPIERI, 1993).

### 3.5 MÉTODOS DE AVALIAÇÃO DA ATIVIDADE POZOLÂNICA.

Coutinho (2006) cita dois métodos distintos para a determinação da reatividade de pozolanas: a) O Índice de Atividade – que se baseia na determinação da resistência mecânica em pastas e argamassas e b) Pozolanicidade – que se baseia num ensaio químico para avaliar o grau de combinação do  $\text{Ca(OH)}_2$  com a pozolana.

Existem alguns métodos para a avaliação da pozolanicidade: Entre eles pode-se citar o Método Chapelle, o método Fratine (NBR 5753), a difração de raios-x, a determinação do consumo de hidróxido de cálcio pela termogravimetria e a determinação do calor de hidratação por meio de técnicas calorimétricas.

Já o Índice de Atividade Pozolânica pode ser avaliado conforme a determinação da resistência mecânica (NBR 5752), (SILVA, 2007).

3.5.1 Método Chapelle - Equivalente ou similar ao método Fratine, de forma simplificada, o método Chapelle modificado consiste em manter em aquecimento ( $90^\circ\text{C}$ ) sob agitação, durante 16 horas, uma solução com 1 grama de óxido de cálcio, 1 grama de material pozolânico, e 250 gramas de água isenta de dióxido de carbono. Ao final do ensaio, o teor de CaO livre é medido, por meio de titulação de cerca de 50 ml da solução com HCl 0,1 N e fenolftaleína (1g/l) e estima-se a quantidade de CaO que foi combinada com a pozolana. O resultado é expresso pela quantidade de óxido de cálcio fixado por grama de pozolana. O material é considerado pozolânico quando apresenta um índice de consumo mínimo de 330 mg de CaO/g da amostra.

3.5.2 Método Fratine (ABNT NBR 5753) – O ensaio é baseado na determinação da alcalinidade total e o teor de óxido de cálcio de uma solução preparada com 100 ml de água destilada, 20 g de cimento mais a adição. A solução é mantida durante 7 dias num recinto termo-estático (estufa) a  $40^\circ\text{C}$  e depois filtrada. Então é determinada a alcalinidade total com a adição de solução de HCl e alaranjado de metila. A alcalinidade total e o teor de óxido de cálcio são medidas em milimoles por litro. Marca-se um ponto sobre o diagrama de coordenadas cartesianas de pozolanicidade. O cimento ensaiado será

considerado pozolânico se o ponto representativo estiver situado abaixo da linha de solubilidade, conforme mostra a figura 8.

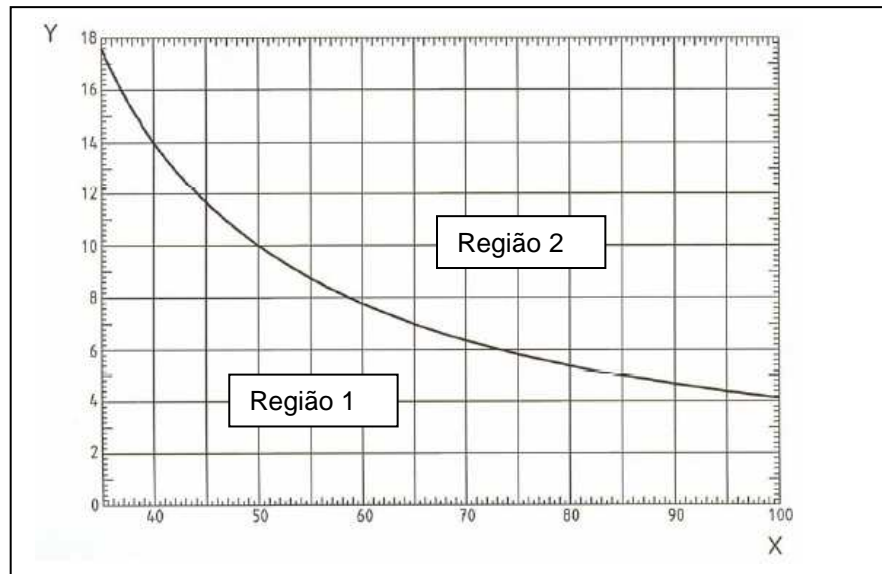


FIGURA 8 – Gráfico de pozolanicidade (Fratine) – NBR 5753

Onde: X = Alcalinidade total da solução em contato com o cimento hidratado em (milimoles OH/ litro)  
 Y = Teor em CaO da solução em contato com o cimento hidratado (milimoles CaO/litro)  
 1 = Cimento pozolânico  
 2 = Cimento não pozolânico

3.5.3 Método da resistência em corpos-de-prova de argamassa com cimento (ABNT NBR 5752) – O método consiste na moldagem e rompimento aos 28 dias de corpos-de-prova cilíndricos 5 x 10 cm com uma mistura de argamassa com areia padrão (ABNT NBR 7214), traço 1:3 com o cimento puro e com a adição de pozolana. A água de amassamento é obtida no ensaio de consistência (Flow table) (ABNT-NBR 7215). Os corpos-de-prova são curados a uma temperatura de 38°C e rompidos à compressão. O índice de atividade pozolânica é obtido pela razão entre a resistência dos corpos-de-prova moldados com a adição e a resistência dos corpos-de-prova moldados somente com cimento. Segundo a NBR 5752, é considerado cimento pozolânico a mistura que obtiver um índice de atividade pozolânica acima de 80%.

Segundo Moran e Gilliland *apud* Santos (1968), são indicados os seguintes ensaios para a determinação da atividade pozolânica:

a) Ensaio sobre a pozolana isolada:

- Composição química.
- Solubilidade em diferentes meios,
- Absorção química do hidróxido de cálcio;
- Análise petrográfica;
- Difração de raios-x;
- Análise térmica diferencial e gravimétrica.

b) Ensaio em misturas de pozolana e cal:

- Ensaio de tempo de pega;
- Ensaio de compressão e tração;
- Determinação da cal não combinada remanescente;
- Determinação dos resíduos insolúveis;

c) Ensaio em misturas de pozolana e cimento Portland

- Ensaio de resistência à compressão;
- Ensaio de tempo de pega;
- Resistência à lixiviação;
- Determinação dos resíduos insolúveis e cal livre;
- Solubilidade de cal;
- Resistência à soluções de sulfatos;
- Redução na expansão;

### 3.6 HISTÓRICO DA UTILIZAÇÃO DE ARGILAS CALCINADAS.

A história das pozolanas de argila calcinadas é contemporânea às pozolanas naturais de origem vulcânica. Foram empregadas pelos romanos no preparo de argamassa de pozolana e cal, na forma de telhas e cerâmicas moídas, via de regra em substituição às pozolanas naturais nas localidades em que estas não eram disponíveis. Também na antiguidade, os egípcios e os hindus se valiam de argamassas de cal e argila cozida e moída, as quais atribuíam as denominações de “homra” e “surkhi”, respectivamente (ZAMPIERI, 1993).



Com a introdução do cimento portland, em meados do século XIX, e em função das notáveis propriedades deste novo ligante, seguiu-se um período de declínio das antigas argamassas de cal e, conseqüentemente, dos próprios materiais pozolânicos. Entretanto, algum tempo após a definitiva implantação da moderna manufatura do cimento portland, as pozolanas voltaram a ser utilizadas como material de construção. Dessa vez, em conjunto com o clínquer portland, constituindo os cimentos portland pozolânicos (ZAMPIERI, 1993).

O primeiro cimento pozolânico produzido industrialmente com adição de argila calcinada foi desenvolvido segundo Zampieri (1993) na Inglaterra e denominado “Potter’s Red Cement”. Este, era utilizado preferencialmente nas obras expostas à ação das águas marinhas ou de rios. Também na França, até 1915, a empresa Lafarge (Segundo maior produtor mundial de cimento atualmente) produziu um cimento “não passível de decomposição”, cuja constituição admitia a participação de argilas calcinadas.

No Brasil, o início do emprego de argilas calcinadas data da época da construção da Barragem de Jupia, cuja fábrica de pozolana iniciou sua operação em 1965 (Figura 9).

Deve-se aos indianos uma das mais importantes contribuições já apresentadas no tocante à ativação térmica dos argilominerais. Em 1968, foi introduzida naquele país a norma IS:1344 – “Specification for burnt Clay pozzolan” que tinha por objetivo fornecer as diretrizes gerais para a obtenção de pozolanas a partir da ativação térmica de argilas.

Com relação a essa norma, no que se refere à temperatura ótima de queima, deve ser determinada através de experimentos específicos, analisando-se as resistências e demais propriedades dos corpos-de-prova de pozolana e cal e cimento.

Estudos experimentais realizados por Zampieri (1989) possibilitaram confirmar que as argilas cauliníticas são realmente mais propícias à fabricação de pozolanas. A reatividade dos argilominerais cauliníticos está intimamente relacionada com a geração de metacaulinita, fase essa de elevado grau de desordem cristalina, amorfa aos raios X. Em geral as caulinitas mal cristalizadas caracterizam-se por uma taxa de desidroxilação e uma atividade pozolânica ligeiramente superiores. Os experimentos apontam o intervalo de 750°C a 850°C como aquele mais adequado à ativação desses argilominerais.

Argilas aluminosas, constituídas de misturas de caulinita e gibsita, podem ser utilizadas para a obtenção de pozolanas. Porém, o maior teor de alumina confere às argilas, maior refratariedade, exigindo temperaturas mais elevadas para ativação entre 800 e 900 graus Celsius.

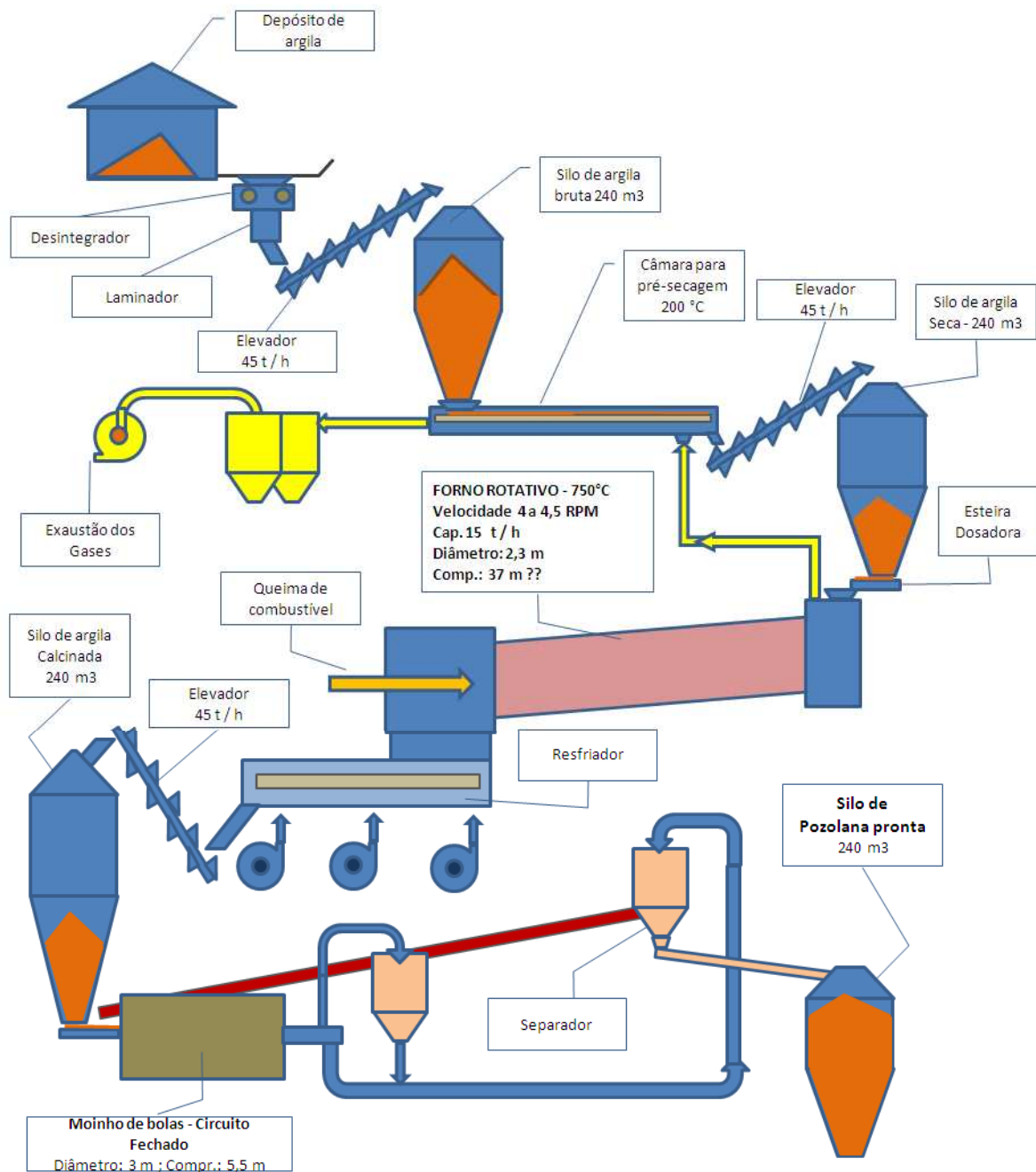
No Brasil a construção da Hidrelétrica de Jupia (MS) em 1965, teve como característica a utilização de agregados potencialmente reativos com o álcali do cimento. Essa reação altamente deletéria às estruturas de concreto devido a seu efeito expansivo teve de ser controlada pela adição de pozolana de argila calcinada. A figura 8 extraída do trabalho de Andriolo (1975), apresenta o esquema de fabricação de pozolana de argila em Jupia. A produção dessa unidade era de 240 t/dia, com um consumo térmico da ordem de 650 kcal/kg de pozolana e uma finura de 8.500 cm<sup>2</sup>/g. (ZAMPIERI,1985)

Em função das notáveis propriedades dessa pozolana, a sua produção foi mantida mesmo depois de concluída a Barragem de Jupia, tendo sido empregada na construção de outras importantes barragens como Ilha Solteira-MS, Capivara-SP e Água Vermelha-MG.

### 3.7 EFEITO DAS POZOLANAS NO CONCRETO

Segundo Mehta e Malhotra (2008) a adição de materiais pozolânicos como as cinzas volantes “fly ash” no concreto, proporciona a melhoria de muitas propriedades através dos efeitos cimentícios e pozolânicos, pela redução da porosidade e outros efeitos físico-químicos. Entre as propriedades que são positivamente afetadas no concreto está o comportamento reológico no estado fresco e a resistência mecânica e durabilidade no estado endurecido. A resistência aos ataques químicos e a redução de fissuração pelo efeito térmico são os principais benefícios da adição de pozolanas no concreto endurecido.

3.7.1 Efeito plastificante redutor de água - As pozolanas do tipo “fly ash” em alguns casos específicos, quando substituindo parte do cimento, podem funcionar como redutores de água no concreto para uma dada consistência. Isso se deve ao fato de alguns efeitos como o de empacotamento, se referindo à distribuição granulométrica das partículas finas assim como o efeito de dispersão e desfloculação por cargas elétricas na superfície das partículas.



**Esquema da Unidade de Argila Calcificada de Jupirá**  
capacidade : 250 t / dia  
Consumo térmico: 650 kcal / kg de pozolana

Figura 9 – Fluxograma do processo de fabricação de pozolana de argila calcificada em Jupirá  
(ANDRIOLO, 1975)

Outro efeito redutor do consumo de água está associado à forma e textura das partículas, que no caso das pozolanas “fly ash” possuem forma arredondada e superfície lisa, o que contribuem para a redução do atrito entre as partículas e por

conseqüência a redução da quantidade de água para se obter uma dada consistência.(MEHTA e MALHOTRA, 2008).

Porém, segundo Sabir *et al.* (1999), Basheer *et al* (1999) e Qian e Li (2001) *apud* Souza (2003), o uso de metacaulim de alta reatividade no concreto, assim como as demais pozolanas de alta reatividade, resulta normalmente no aumento da demanda de água, quando comparado com o concreto sem uso de adições minerais, para uma mesma consistência, provavelmente devido a alta superfície específica destes materiais e/ou a forma dos grãos. Na comparação da demanda de água entre concretos com adição de sílica ativa e metacaulim, Caldarone *et al.* (1994) *apud* Souza (2003) constatou redução de 25% a 35% no concreto com metacaulim. Caldarone e Gruber (1994) também obtiveram uma redução de 28% no consumo de aditivo superplastificante no concreto com metacaulim em relação ao concreto com sílica ativa.

3.7.2 Efeitos reológicos no concreto – O uso de metacaulim assim como outras adições como a sílica ativa e a cinza de casca de arroz apresentam redução nas taxas de exsudação em comparação com o concreto de referência sem adição. A explicação desse comportamento está relacionada ao empacotamento da composição granulométrica das partículas finas, criando dificuldade para a percolação ascendente da água. Essa constatação é verificada por vários trabalhos dos autores Saad *et al* (1982), Zhang e Malhotra (1995) *apud* Souza (2003) e Caldarone (1994).

3.7.3 Redução do calor de hidratação - Outro importante efeito benéfico das pozolanas é a redução da geração de calor no concreto, durante a fase de hidratação em estruturas maciças. Em função da necessidade de se obter maiores resistências nas idades precoces, os cimentos atuais possuem características que favorecem a geração de calor. Com o aumento das resistências e o uso de estruturas de grande volume, temos em determinadas circunstâncias a combinação de condições que podem resultar em temperaturas na fase de endurecimento acima dos 60°C. E tendo como regra geral que a diferença de temperatura entre o interior e exterior de uma peça de concreto não deve superar a 20°C, para não gerar tendência de fissuração por origem térmica, a substituição parcial do cimento por adições não exotérmicas é de grande importância técnica na viabilização da

execução de obras de grande volume de concreto-massa segundo Mehta (2008) e Neville (1997).

O uso das argilas calcinadas foi largamente empregado em obras de grande volume como nas barragens de Jupia, Ilha Solteira, Capivara e Água Vermelha, onde os teores de substituição variaram entre 20% a 50% do cimento total (ZAMPIERI, 1993).

3.7.4 Fissuração por secagem - A redução da fissuração por secagem também pode ocorrer pela diminuição do consumo de água no concreto. Se as pozolanas puderem proporcionar a diminuição do consumo de água para uma consistência determinada, o efeito de fissuração será diretamente reduzido. Contudo, as adições de metacaulim que resultam no aumento do consumo de água, possuem intrinsecamente a tendência de aumentar a fissuração por secagem e a retração autógena. Porém alguns autores constataram redução da fissuração em concretos com a adição de metacaulim e desta forma não é possível concluir de forma definitiva esse comportamento (CALDARONE, 1994).

3.7.5 Resistência à compressão – O efeito na resistência dos concretos com adição de metacaulim está diretamente relacionado com as suas características. Dependendo do grau de finura, da constituição química com elementos inertes, o comportamento das resistências é afetado diretamente. Adições mais grossas retardam as reações pozolânicas e diminuem as resistências iniciais, por outro lado reduzem a temperatura de hidratação (DALMOLIN, 2002).

3.7.6 Resistência a ataques químicos - A resistência do concreto à agentes e ambientes externos agressivos está relacionada a microestrutura do concreto e a sua porosidade (ANDERSON, 2002). Quando uma mistura de concreto é lançada e tem desenvolvido o seu endurecimento, parte da água de amassamento tem tendência a aflorar na superfície devido a sua densidade que é menor que a dos demais materiais e à pressão osmótica em relação ao ar ambiente. Porém nem toda a água consegue encontrar o caminho até a superfície e fica aderida na interface dos agregados e a pasta de cimento. Nesta região, então, ocorre a presença de pasta de cimento mais frágil, com maior relação A/C, e formação de grandes cristais de hidróxido de cálcio e etringita. A aplicação de tensões no concreto causa nessa interface a formação de microfissuras. Isto sugere que a microfissuração e a maior

porosidade na zona de transição não só reduzem a resistência do concreto, mas também comprometem a sua permeabilidade e a durabilidade quando exposto a condições ambientais severas. Esta perda de durabilidade é causada pela percolação de fluidos através da rede de poros interconectados, formada pela microfissuração na zona de transição (MEHTA,2008).

Como elementos de redução da heterogeneidade da microestrutura do concreto as pozolanas têm função importante devido aos efeitos de redução da porosidade capilar e da maior cristalização dos produtos da hidratação (MEHTA e MALHOTRA, 2008, p.36).

3.7.7 Proteção da armadura, passivação do aço - Outra questão importante é a proteção do aço pelo concreto, a passivação da armadura pela alcalinidade que é característica do cimento hidratado. Mehta (2008) explica que a remoção total dos íons de hidróxido de cálcio causada pela ação da pozolana, torna os poros capilares isentos desses íons. Esse fato justifica por que a condutividade elétrica dos concretos com pozolanas diminuem a níveis muito baixos. Portanto, o mecanismo de proteção do aço nos concretos aditivados com pozolanas é totalmente diferente do mecanismo de proteção dos concretos constituídos de cimento portland comum.(MEHTA e MALHOTRA, 2008).

3.7.8 Reações de expansão por sulfatos e RAA - A redução completa do hidróxido de cálcio também pode melhorar a resistência ao ataque químico por sulfatos e reduzir ou inibir a expansão pela reação álcali-agregado. Observa-se que a reação de expansão dos compostos de álcali sílica-gel só ocorre com a presença do hidróxido de cálcio. Similarmente a expansão causada pela reação dos sulfatos com a etringita, é diminuída, pois a geração de etringita só ocorre em presença do hidróxido de cálcio (MEHTA e MALHOTRA, 2008).

### 3.8 Caulinita e Metacaulim

O termo “kaolin” tem origem na localidade de “Kau-ling”, na província de Jiangxi na República Popular da China. No século XVIII, missionários e exploradores europeus fazem uma referência a uma argila branca, obtida naquela localidade, e que era utilizada para fazer peças de porcelana. A caulinita é um argilo-mineral

branco, sendo formada por silicato hidratado de alumínio e sua composição química se aproxima de  $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  (DAMASCENO, 1993).

Os argilominerais do grupo da caulinita envolvem quatro variedades polimórficas: Nacrita, Diquita, Caulinita e Haloisita 0,7 nm ou metahaloisita, todos com fórmula  $\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4$ , além da Haloisita 1 nm ou Endelita com a fórmula  $\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ . Tipicamente os argilominerais nacrita, diquita, caulinita e haloisita 0,7 nm ocorrem na forma de cristais tabulares e a haloisita 1,0 nm na forma de tubos ou cilindros, que ocorrem pelo enrolamento das lamelas da caulinita. Minerais do grupo da caulinita e outros argilominerais são formados pela decomposição de feldspatos por processos geológicos, tendo provavelmente sericita como intermediário (GARDOLINSKI, 2002).

A formulação da caulinita pode ser descrita como resultante da deposição de 2 moles de gibbsita (variedade polimórfica do  $\text{Al}(\text{OH})_3$ ) sobre dois moles de sílica, mantendo-se a estrutura dos dois compostos ( Figura 10) (GARDOLINSKI, 2002).

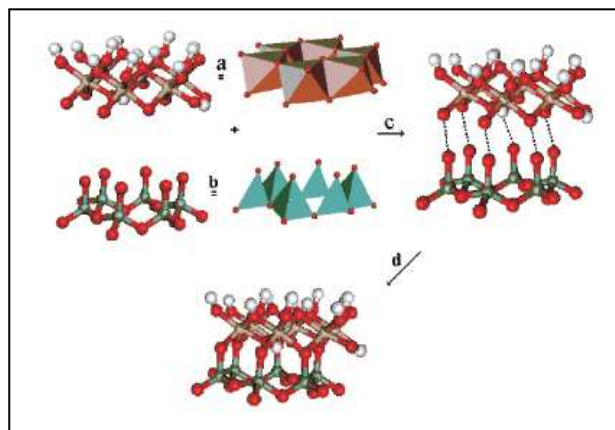


Figura 10 – Estrutura da gibbsita (a), sílica (b), o processo de montagem da estrutura ideal da caulinita (c) e estrutura final da caulinita (d) (GARDOLINSKI, 2002)

O prefixo “META” é usado para indicar mudança. A origem grega do prefixo tem significado de algo que vem após um estado inicial, além de uma condição que a precede (HOLANDA, 2008). Na palavra “Metacaulim”, o sentido do prefixo está relacionado a passagem do estado hidratado do caulim para o desidratado através da desidroxilação da molécula da caulinita provocada por aquecimento durante um determinado tempo (GARDOLINSKI, 2002)

A metacaulinita é um produto amorfo (não cristalino) resultante do processo de desidroxilação da caulinita, através da calcinação em temperaturas controladas.

A temperatura de calcinação das argilas afeta a atividade pozolânica (GARDOLINSKI, 2002).

Quando a caulinita ( $\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4$ ) é submetida à temperatura entre 600°C e 900°C, ocorre remoção dos íons hidroxila da sua estrutura cristalina, o que resulta na destruição do seu arranjo atômico. Forma-se um material amorfo de grande instabilidade termodinâmica, denominado metacaulinita ( $\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_7$  ou  $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$ ), que é responsável pela atividade pozolânica, com formação predominante de C-S-H (silicato hidratado de cálcio) e  $\text{C}_4\text{AH}_x$ . Segundo Kakali *et al* (2001) *apud* (OLIVEIRA, 2006), o desenvolvimento das propriedades pozolânicas de argilas calcinadas depende da natureza e da abundância do argilomineral, das condições de calcinação e da finura do produto final. As propriedades pozolânicas são desenvolvidas por calcinação a partir de 500°C, e as temperaturas ótimas são entre 700°C e 900°C, (SANTOS, 1992). Em temperaturas acima de 900°C são formados compostos cristalinos, denominados de “*mulita*” que não possuem capacidade pozolânica (GOMES – 2007).

### 3.8.1 Princípio de Ação do metacaulim.

A reação pozolânica do metacaulim com o hidróxido de cálcio do cimento hidratado resulta no alumino-silicato de cálcio hidratado que é representada pelo modelo abaixo:

Compostos ativos	Composto resultante
$\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2 + 5 \cdot \text{Ca}(\text{OH})_2$	$5 \cdot \text{CaO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2 \cdot \text{SiO}_2 \cdot 5 \cdot \text{H}_2\text{O}$

### 3.8.2 Características Químicas do Metacaulim.

As características químicas do metacaulim devem ser observadas segundo dois aspectos principais: a sua composição química e a sua estrutura interna (SOUZA, 2003). O primeiro está diretamente relacionado à argila utilizada para a produção da pozolana. Malhotra & Mehta (1996) *apud* Souza (2003), relatam que a metacaulinita de alta reatividade (MCAR) é a única que não é caracterizada pelo alto teor de sílica, tendo geralmente proporções semelhantes de  $\text{SiO}_2$  e  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , em massa.

A caulinita, mineral que dá nome ao grupo das argilas caulíníficas, apresenta, de acordo com Zampieri (1993) uma composição química teórica de:



Tabela 8 – Composição teórica das argilas cauliniticas

Composto	Teor
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	39,8%
SiO <sub>2</sub>	46,3%
H <sub>2</sub> O	13,9%

A composição química, mesmo não sendo, segundo Santos (1968) e Zampieri (1989), um parâmetro adequado para a avaliação da pozolanicidade, pois impossibilita a diferenciação entre a sílica amorfa e a cristalina, apresenta-se como uma forma de controle de produção ou de recepção de uma argila.

Para as pozolanas do tipo metacaulim tem-se, na Tabela 6, algumas exigências químicas descritas pela norma Indiana (IS:1344. 1968), pela norma americana (ASTM C 618-1991) e pela brasileira (NBR 12.653, 1992).

TABELA 9 – Exigências Químicas do Metacaulim

Exigências Químicas	IS 1344 – 1968	ASTM C 618-1991	NBR 12653-1992
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> + SiO <sub>2</sub> + Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> –min	70%	70%	70%
SiO <sub>2</sub> – min	40%	-	-
CaO – Max	10%	-	-
MgO – Max	3%	-	-
SiO <sub>3</sub> – Max	3%	4%	4%
Na <sub>2</sub> O + K <sub>2</sub> O – Máx	3%	-	-
Teor de umidade – Max	-	3%	3%
Álcali solúveis em água – Max	0,1%	-	-
Álcalis disponíveis em Na <sub>2</sub> O-máx	-	1,5%	1,5%
Material solúvel em água – Max	1%	-	-
Perda ao fogo – Max	5%	10%	10%

### 3.8.3 Características Físicas do Metacaulim.

Como visto anteriormente, as características físicas, como tamanho das partículas e área específica são um dos principais fatores que, segundo Malhotra e Mehta (1996), podem garantir a alta atividade pozolânica. Todavia, durante o tratamento térmico tem-se a aglomeração das partículas, que resultam no aumento de sua granulometria. Este comportamento faz com que sempre haja a necessidade,

quando usa-se argilas calcinadas, da realização de moagem, para que tanto o metacaulim quanto o MCAR possam alcançar todo o potencial de sua atividade pozolânica. As principais exigências físicas das normas indianas, americana e brasileira, com relação ao uso do metacaulim como pozolana comum, estão colocadas na tabela 7. Quanto ao MCAR, acredita-se, com base na literatura existente, que uma menor quantidade de material retida na peneira 45  $\mu\text{m}$ , e uma maior superfície específica possam assegurar o desempenho especificado para este tipo de pozolana (DALMOLIN, 2002).

Tabela 10 – Exigências Físicas para a pozolana comum tipo metacaulim.

<b>Exigências Físicas</b>	<b>IS 1344 – 1968</b>	<b>ASTM C 618-1991</b>	<b>NBR 12653-1992</b>
Material retido na peneira # 325 45 $\mu\text{m}$ - Max	12%	34%	34%
Superfície Específica – mín	3200 $\text{cm}^2/\text{g}$	-	-

#### 3.8.4 Comportamento Térmico da Caulinita

As transformações térmicas que a caulinita sofre com o aquecimento podem ser ilustradas na Figura 10. A caulinita pura apresenta um pico endotérmico centrado em 51°C, correspondente à eliminação de moléculas de e água de adsorção/absorção e um pico endotérmico centrado em 529°C, correspondente a seu processo de desidroxilação, o qual transforma a caulinita em metacaulinita (GARDOLINSKI, 2002). Até 100°C existe perda de água de umidade e água adsorvida.

A 450°C, inicia-se a reação de desidroxilação que é completada a 600°C, temperatura essa que é revelada pela posição do pico endotérmico no termograma; nessas condições, forma-se a metacaulinita (metacaulim), que é amorfa, porém com alguma estrutura residual (Santos, 1968), à difração de Raios X. Estas, mantém a forma de placas hexagonais da caulinita original. Com a perda de hidroxilas há apenas uma redução de cristalinidade com pequena distorção dos íons Alumínio na camada octaédrica.

A 950°C, no caso de caulinita bem cristalizada, há um pequeno pico endotérmico antes do pico exotérmico intenso cujo máximo ocorre a 975°C; as caulinitas mal cristalizadas não apresentam esse pequeno pico endotérmico.

A cerca de 950°C a metacaulinita se altera bruscam ente formando um tipo especial de alumina-gama: ela possui uma estrutura cristalina do tipo daquela do espinélio ( $MgO - Al_2O_3$ ), porém contendo silício e alumínio. Segundo Gardolinski à 977°C ocorre um pico exotérmico relacionado com a nucleação da mulita (Figura 11).

Cristobalita é facilmente detectável a partir de 1100°C quando a fase espinélio alumínio-silício se transforma em mulita (GARDOLINSKI, 2002).

A sequência de reações pode então ser representada da maneira seguinte:

- $Al_2O_3 \cdot 2 SiO_2 \cdot 2H_2O$  → 500°C →  $Al_2O_3 \cdot 2 SiO_2 + 2H_2O$   
Caulinita Metacaulinita
- $2 [Al_2O_3 \cdot 2 SiO_2]$  → 925°C →  $2Al_2O_3 \cdot 3SiO_2 + SiO_2$   
metacaulinita espinélio Al : Si
- $2Al_2O_3 \cdot 3SiO_2$  → 1100°C →  $2 [Al_2O_3 \cdot SiO_3] + SiO_2$   
espinélio Al : Si Mulita 1:1 + cristobalita

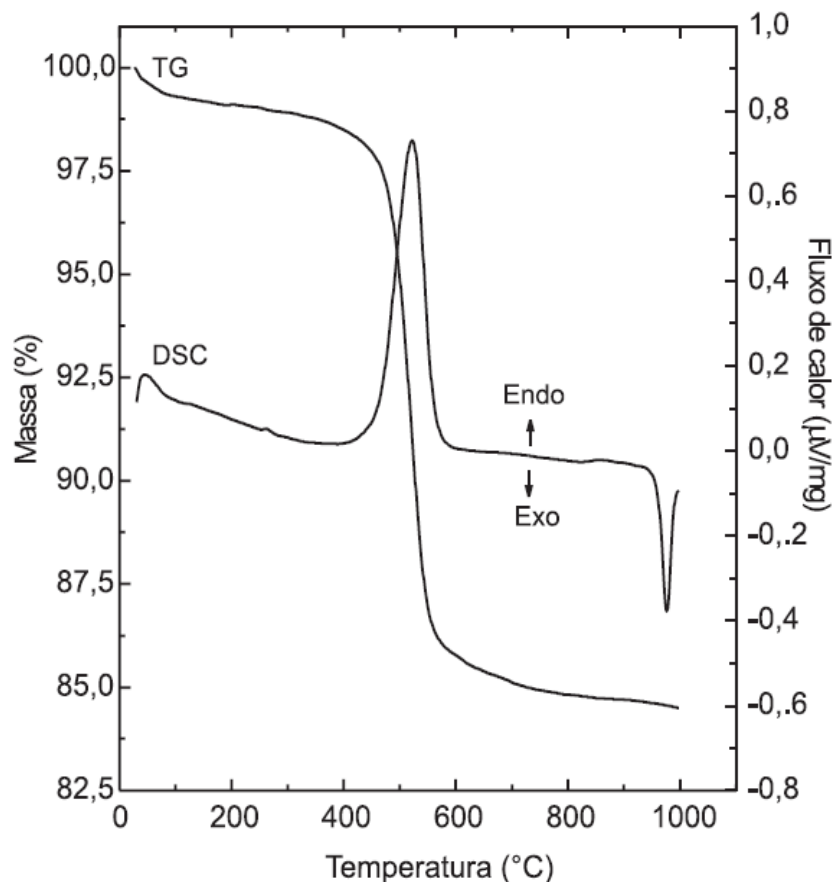


Figura 11 – Curvas características dos ensaios de TDA/TGA – GARDOLINSKI (2002)

Resultados importantes para diversas temperaturas e diferentes tempos de exposição ao calor foram obtidos por Choi Hee-Yon, Hey-Zoo Hwang Lee, Hyun-Soo e Kim, Moon-Han na Coreia.

### 3.9 IDENTIFICAÇÃO MINERALÓGICA DE ARGILAS – ENSAIOS ESPECÍFICOS.

3.9.1 Análise térmica diferencial - O método de análise térmica diferencial (ATD) até 1050°C é aplicado largamente no estudo de argilas desde os trabalhos de Grim & Rowland (1962) *apud* Santos (1968) que mostraram sua aplicabilidade como método de identificação de argilominerais e suas misturas, naturais ou artificiais. O método consiste no aquecimento, em velocidade constante, de uma argila, juntamente com uma substância termicamente inerte (geralmente o óxido de Alumínio alfa ou coríndon), registrando as diferenças de temperatura entre o padrão inerte e a argila em estudo. Em função da temperatura, ocorrem transformações endo (absorvem calor) ou exotérmicas (liberam calor), estas aparecem como deflexões em sentidos opostos na curva termodiferencial ou termograma (ver figura 10) (SANTOS, 1968).

Os fornos elétricos utilizados são de resistências de Kanthal ou de platina e têm a velocidade de aquecimento constante obtido com transformador de voltagem variável, comandado por motor síncrono de velocidade adequada comandado por servomecanismo. Os registros da temperatura e das diferenças de temperaturas entre o padrão e a argila são feitos automaticamente num computador (BATTAGIN, 2003)

Pela posição, forma e intensidade dos picos endo e exotérmicos dos termogramas é possível a identificação bastante precisa de argilominerais puros como a caulinita. Contudo, a análise térmica diferencial é de uso restrito no caso de misturas de argilominerais devido ao fato de a posição e a intensidade dos picos de transformações endo e exotérmicas serem alteradas pelas misturas (GARDOLINSKI, 2002).

3.9.2 Análise térmica gravimétrica (ATG) - A análise termogravimétrica consiste no aquecimento da argila em velocidade constante em ligação com uma balança de precisão, o que permite o registro das variações de massa em função da

temperatura. É instrumento de pesquisa útil, trabalhando em paralelo com a análise térmica diferencial.

Os termogramas dos argilominerais não são suficientes de uma maneira geral para a identificação da espécie mineralógica, mas permitem a classificação geral dos principais argilominerais, especialmente em argilas monominerálicas como: a caulinita, montmorilonita, illita, clorita e argilominerais fibrosos (GARDOLINSKI, 2002).

Os ensaios são realizados normalmente com amostras de massa da ordem de 500 mg com aquecimento na taxa de 10°C/minuto até 1000°C em cadinho de alumina sob uma atmosfera de Oxigênio na vazão de 50 ml/min (GARDOLINSKI, 2002)

3.9.3 Análise por difração de raio X – Segundo Gobbo (2003), a técnica consiste na incidência da radiação em uma amostra e na detecção dos fótons difratados, que constituem o feixe difratado. Em um material onde os átomos estejam arranjados periodicamente no espaço, característica das estruturas cristalinas, o fenômeno da difração de raios-x ocorre nas direções de espalhamento que satisfazem a Lei de Bragg. Admitindo que um feixe monocromático (contendo um único comprimento de onda “ $\lambda$ ”) incide sobre um cristal a um ângulo “ $\theta$ ”, chamado de ângulo de Bragg, tem-se:  $n\lambda = 2d \sin \theta$ , onde “ $d$ ” é a distância entre os planos de átomos e “ $n$ ” é a ordem de difração.

No estudo de agregados policristalinos através do método do pó, a amostra é pulverizada, fixada a um porta-amostra por prensagem e submetida a um feixe de raios-x monocromático. Cada partícula deste pó vai se comportar como um pequeno cristal, com orientação aleatória em relação ao feixe de raios-x incidente. O inconveniente da técnica se deve à sobreposição de reflexões dos componentes, misturando as informações contidas na intensidade e dificultando a análise de um material com número excessivo de compostos cristalinos. No método do pó, a identificação das substâncias é obtida através da comparação do difratograma com padrões difratométricos de fases individuais disponibilizados pelo ICDD (International Center for Diffraction Data), sendo possível também calcular os parâmetros de cela unitária, avaliar o grau de cristalinidade, bem como quantificar fases presentes.

A quantificação de fases a partir da difração de raios-x se apóia nas intensidades dos picos do difratograma, as quais, além de guardarem uma relação

característica da estrutura cristalina de cada fase componente, refletem a proporção das fases na amostra (GOBBO, 2003)

O cálculo de refinamento utilizando o método de Rietveld é feito por programas computacionais utilizando ciclos de mínimos quadrados.

Análises quantitativas do clínquer portland por DRX-Rietveld vêm sendo desenvolvidas com intensidade desde o início da década de 90. Taylor e Aldridge (1993) *apud* (GOBBO, 2003), apresentam resultados quantitativos obtidos através do refinamento de amostras de cimento utilizando o programa computacional SIROQUANT (CSIRO, Austrália), onde são utilizadas estruturas conhecidas de alita(C<sub>3</sub>A), belita (C<sub>4</sub>AF) além de gipsita, bassanita e anidrita (GOBBO, 2003).

### 3.10 Estimativa do teor de caulinita das argilas

Pode-se estimar o teor de caulinita em uma argila através dos resultados de uma análise química parcial, obtidas por ataque sulfúrico nas amostras de solo.

Usando-se as fórmulas estruturais padrão da illita e caulinita (WEAVER e POLLARD, 1975 *apud* SANTOS, 1968), (Tabela 11) calcula-se uma estimativa dos teores desses minerais. Considerando-se que toda a porcentagem de óxido de potássio está atribuída à illita (mica), calcula-se o seu percentual da divisão pelo percentual teórico da fórmula estrutural padrão pela equação 1.

Tabela 11 – Teores dos compostos da fórmula estrutural padrão da illita e Caulinita.

Composto	Illita	Caulinita
K <sub>2</sub> O	8,0 %	0,0 %
SiO <sub>2</sub>	56,0 %	46,5 %
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	18,5 %	39,5 %
H <sub>2</sub> O	5,98 %	13,96 %

- % illita = % K<sub>2</sub>O da amostra / 0,08 (equação 1)
- Alumina (Al<sub>2</sub>O<sub>3,illita</sub>) = % illita . 0,185 (equação 2)
- Alumina da caulinita = % Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> da amostra - % Alumina da illita (equação 3)
- % caulinita da amostra = % alumina da caulinita / 0,395 (equação 4)

Depois, calcula-se a porcentagem de Alumina da Ilita pela equação 2. Então, calcula-se a porcentagem da Alumina da caulinita com a equação 3 e finalmente a porcentagem de caulinita da amostra através da equação 4.

Outro processo para se estimar o teor de caulinita é considerar a perda de massa durante a fase de desidroxilação da caulinita, ou seja, a perda da molécula de água da fórmula estrutural da caulinita.

Através dos ensaios termogravimétricos, são determinadas as perdas de massa entre as temperaturas de 400°C e 800°C onde ocorre a desidroxilação da caulinita (Figura 6). A partir dessas perdas de massa, estimam-se os teores de caulinita na base seca, presentes nas amostras, com base na perda de massa teórica desse mineral, equivalente ao teor de H<sub>2</sub>O da fórmula estrutural padrão de 13,96% (BATTAGIN e PECCHIO, 2003).

A porcentagem (%) de caulinita da amostra pode ser então calculada pela equação 5:

- $\% \text{Caulinita da amostra} = \% \text{perda de massa termogravimétrica} / 0,1396$  (Equação 5)

## CAPÍTULO 4 – PROGRAMA EXPERIMENTAL

Para avaliação do desempenho das argilas calcinadas como material pozolânico em substituição à cinza volante (“fly ash”) e a produção de cimento Portland Pozolânico CP IV 32, foram elaboradas as seguintes etapas:

- Identificação de possíveis jazidas de argilas caulínicas e filitos na região de Curitiba – PR.
- Coleta de material para análises prévias.
- Análise por difração de raios-x para determinação dos principais compostos químicos das amostras.
- Análise termogravimétrica e termodiferencial para identificar a presença e os teores estimados de caulinita nas amostras.
- Definição das variáveis controladas e variáveis de resposta.
- Cálculo da quantidade de corpos-de-prova, os materiais e o tempo necessário para a realização do estudo.
- Planejamento do experimento através do modelo de Projeto Cruzado de 4 fatores, segundo Montgomery (2001).
- Montagem das tabelas ANOVA (Análise de variância) e avaliar os efeitos de fator das variáveis envolvidas.
- Avaliação o método proposto através de ensaios prévios para correlacionar os corpos-de-prova (5 x 10 cm) e (2,5 x 5 cm).
- Execução dos ensaios e registrar os resultados.
- Lançamento dos resultados nas tabelas ANOVA nas idades de ruptura.
- Avaliação dos graus de significância dos fatores controlados.
- Identificação das argilas e os parâmetros que apresentaram o melhor resultado de pozolanicidade.
- Estimativa do ganho em consumo de energia possível de ser obtido com o uso das argilas calcinadas.

Os ensaios foram desenvolvidos nos laboratórios da Cia. de Cimento Itambé, da Concrebras e do LAMIR – Laboratório de Mineralogia da UFPR.



#### 4.1 PROSPECÇÃO DAS ARGILAS.

Para estabelecer um critério de amostragem, definiu-se como área de abrangência do estudo a região metropolitana de Curitiba, devido à proximidade da fábrica de cimento e conseqüentemente menor custo de transporte.

Foi estabelecida a premissa de que as argilas seriam transportadas até a fábrica de cimento e calcinadas em instalação apropriada.

Foram escolhidos através de consulta à empresa PROGEO os locais para as amostragens. E a partir desses, amostraram-se 12 argilas para elaboração dos ensaios prévios de Raios-X e Termogravimétricos.

#### 4.2 ANÁLISES QUÍMICAS E TGA/TDA (ANÁLISE TERMO-GRAVIMÉTRICA E ANÁLISE TERMO-DIFERENCIAL)

Todas as argilas amostradas foram submetidas ao ensaio de Raios-X para caracterização e determinação dos principais compostos químicos.

Os teores de caulinita nas argilas foram determinados pelos ensaios TGA e TDA (Análise Termo Gravimétrica e Análise Termo Diferencial).

Os ensaios foram realizados no Laboratório de Análise de Minerais e Rochas da Universidade Federal do Paraná - LAMIR sob orientação do Dr. José Eduardo Ferreira da Costa Gardolinski, utilizando uma taxa de aquecimento de 10°C/min entre 25°C e 1000°C em cadinho de alumina e atmosfera de O<sub>2</sub> numa vazão de 50 ml/min.

#### 4.3 ESCOLHA DAS AMOSTRAS DE ARGILA PARA CALCINAÇÃO.

Para efeito de estudo, fazendo-se a combinação de fatores, e em função do número total de ensaios, foi estabelecido o número de três argilas para execução dos ensaios. Sendo assim foram estabelecidos, como critério de seleção, a argila com maior teor de caulinita, a argila com maior teor de caulinita e de óxido de ferro com maior proximidade à fábrica da Cia de Cimento Itambé e uma terceira argila com teor intermediário e com jazida mais expressiva.

#### 4.4 MÉTODO PROPOSTO PARA OS ENSAIOS.

Como o objetivo do estudo foi avaliar a pozolanicidade das argilas calcinadas com o cimento Portland e o desempenho técnico-econômico através da resistência mecânica, para aplicação em concretos e argamassas, usou-se como referência a NBR 5752 – “Materiais pozolânicos – Determinação de atividade pozolânica com cimento Portland – Índice de atividade pozolânica com cimento”. O ensaio pelo método Fratine não foi utilizado pois mede a pozolanicidade indiretamente através do efeito químico.

Porém, para a execução do número de ensaios previstos no modelo experimental (2.700 corpos-de-prova) seriam necessárias quantidades grandes de argilas calcinadas, o que não é obtido facilmente, pois as amostras são calcinadas em temperaturas controladas em mufla de laboratório com capacidade reduzida na ordem de 100 gramas.

Como parte integrante deste estudo, foi proposto a moldagem de corpos-de-prova cilíndricos de 25 mm de diâmetro com 50 mm de altura, representando 1/8 do volume dos corpos-de-prova 50 x 100 mm da NBR 5752.

Para avaliar a correlação de resultados foram feitos ensaios comparativos entre os dois tamanhos de corpos-de-prova.

Esse procedimento foi embasado no estudo de avaliação da pozolanicidade realizado por Zampieri em 1993 quando foram moldados corpos-de-prova de 20 x 40 mm com pasta de cal e pozolana e que por sua vez foi referenciado nos estudos realizados por pesquisadores do Instituto Nacional de Ciências Aplicadas de Lion – França em 1985 (ZAMPIERI, 1993).

A moldagem dos corpos-de-prova foi realizada com a argamassa de traço 1: 3: 0,48 sendo a unidade composta de cimento tipo CP II F 32 e pozolana, as quatro frações de areia padrão IPT e relação água / cimento fixada em 0,48.

A moldagem dos corpos-de-prova foi feita em três camadas aplicando-se 15 golpes em cada com soquete em aço com diâmetro de 10 mm.

Os corpos-de-prova foram submetidos à cura inicial de 24 horas dentro dos moldes e após a desforma, foram curados a seco em recipientes herméticos em banho de água aquecida a 38°C +-2°C até a idade de 28 dias.

As idades de rompimento foram definidas em 7, 28, 63 e 91 dias, sendo que para cada idade foram rompidos 5 corpos-de-prova.

#### 4.5 FATORES CONTROLADOS

Os fatores controlados foram os seguintes:

- Tipos de argila: três origens distintas escolhidas em função do teor estimado de caulinita através das análises de TGA e TDA.
- Temperatura de calcinação; (650 °C; 750 °C e 850 °C)
- Grau de finura da pozolana; (in natura; passante na peneira # 200 e passante na peneira #325)
- Teor de adição da pozolana; (0%; 10%; 20%; 30% e 40%) ; sendo feito sempre o ensaio de referência com 0% de adição em todas as combinações dos fatores.
- Idades de ensaio: (7; 28; 63 e 91 dias)

#### 4.6 VARIÁVEIS DE RESPOSTA

As variáveis de resposta são as seguintes:

- Resistências à compressão nos corpos-de-prova de argamassa com cinco repetições para cada idade e para as 135 combinações previstas.
- Grau de pozolanicidade das argilas calcinadas para cada combinação de fatores.

O planejamento do experimento foi concebido segundo a proposta do estudo para se avaliar a combinação de fatores de maior pozolanicidade.

Portanto, a matriz do experimento foi calculada com três tipos de argila, três temperaturas de calcinação, três graus de finura, nas adições de 0%, 10%, 20%, 30% e 40% e nas idades de 7, 28, 63 e 92 dias de cura com 5 cps por idade e resultando numa quantidade de 2.700 (dois mil e setecentos corpos-de-prova).

O Modelo Estatístico foi desenvolvido para um Projeto Fatorial Cruzado de Quatro Fatores conforme (MONTGOMERY-2001) segundo a *Equação 06* deduzida, onde são observados os efeitos de cada fator isolado, os efeitos combinados dos fatores e o erro total.

$$Y_{ijklm} = \mu + \tau_i + \beta_j + \gamma_k + \alpha_l + (\tau\beta)_{ij} + (\tau\gamma)_{ik} + (\tau\alpha)_{il} + (\beta\gamma)_{jk} + (\beta\alpha)_{jl} + (\gamma\alpha)_{kl} + (\tau\beta\gamma)_{ijk} + (\tau\beta\alpha)_{ijl} + (\beta\gamma\alpha)_{jkl} + (\tau\gamma\alpha)_{ikl} + (\tau\beta\gamma\alpha)_{ijkl} + \varepsilon_{ijklm}$$

(Equação 06)

Onde:

$Y_{ijklm}$  - Valor individual de cada resultado de resistência em MPa. Onde (i) é nível do fator de temperatura; (j) é o nível de fator do tipo de argila; (k) é o nível de fator do grau de finura da argila; (l) é o nível de fator da % de adição e (m) é o enésimo elemento de repetição de cada combinação.

$\mu$  - É a média geral de todos os resultados.

$\tau_i$  - É o efeito i-ésimo nível do fator Temperatura.

$\beta_j$  - É o efeito j-ésimo nível do fator tipo de argila.

$\gamma_k$  - É o efeito k-ésimo nível do fator grau de finura.

$\alpha_l$  - É o efeito l-ésimo nível do fator % de adição.

$(\tau\beta)_{ij}$  - É o efeito da interação dos fatores temperatura e tipo de argila.

$(\tau\gamma)_{ik}$  - É o efeito da interação dos fatores temperatura e grau de finura.

$(\tau\alpha)_{il}$  - É o efeito da interação dos fatores temperatura e % de adição.

$(\beta\gamma)_{jk}$  - É o efeito da interação dos fatores tipo de argila e grau de finura.

$(\beta\alpha)_{jl}$  - É o efeito da interação dos fatores tipo de argila e % de adição.

$(\gamma\alpha)_{kl}$  - É o efeito da interação dos fatores grau de finura e % de adição.

$(\tau\beta\gamma)_{ijk}$  - É o efeito da interação dos fatores de temperatura, tipo de argila e finura.

$(\tau\beta\alpha)_{ijl}$  - É o efeito da interação dos fatores de temperatura, tipo de argila e % de adição

$(\beta\gamma\alpha)_{jkl}$  - É o efeito da interação dos fatores de tipo de argila, finura e % de adição

$(\tau\gamma\alpha)_{ikl}$  - É o efeito da interação dos fatores de temperatura, finura e % de adição

$(\tau\beta\gamma\alpha)_{ijkl}$  - É o efeito da interação dos todos os fatores.

$\varepsilon_{ijklm}$  - É o ERRO aleatório.

A matriz principal do experimento pode ser apresentada pela Tabela 12, abaixo:

Tabela 12 – Matriz Principal do Experimento (Variáveis controladas: Temperatura; Granulometria e % adição)

Temperaturas	Granulometria (peneiramento)								
	G1			G2			G3		
	<i>In natura</i>			# 200			# 325		
650°C (T1)	0%	10%	20%	0%	10%	20%	0%	10%	20%
	30%	40%		30%	40%		30%	40%	
750°C (T2)	0%	10%	20%	0%	10%	20%	0%	10%	20%
	30%	40%		30%	40%		30%	40%	
850°C (T3)	0%	10%	20%	0%	10%	20%	0%	10%	20%
	30%	40%		30%	40%		30%	40%	

Para análise dos fatores serão elaboradas tabelas de análises de variância (ANOVA) usando-se a distribuição *F* de Snedecor, assim como serão elaboradas as AMM (Análise Múltiplas das Médias) para a combinação dos fatores.

#### 4.7 LEVANTAMENTO DE QUANTITATIVOS DOS RECURSOS NECESSÁRIOS

Para se conhecer a quantidade de materiais necessários assim como prever a utilização de mão de obra dos laboratórios, foram feitas algumas estimativas com base na quantidade total de ensaios da matriz principal do experimento tabelas 13, 14, 15 e 16.

TABELA 13 – Composição dos fatores da Matriz Principal

Fatores da Matriz Principal	Nº de fatores	Descrição dos fatores
Idades de rompimento dos corpos-de-prova	4	7; 28; 63 e 91 dias
Nº de cps por idade de rompimento	5	Número de cps p or idade
Temperatura de queima	3	650°C; 750°C e 850°C
Graus de finura das argilas	3	In natura; #200 e #325
Percentuais de substituição de cim. por Pozzolana	5	0%; 10%; 20%; 30% e 40%
Tipos de argila ( origem)	3	Origem 1; 2 e 3

TABELA 14 – Quantitativos de materiais

<b>Material</b>	<b>Quantidade</b>	<b>Unidade</b>
Volume de cada massada (com 10% de perdas)	0,540	Litros
Quantidade de argila para cada combinação de temp. e grau de finura	277	Gramas
Quantidade de argila para cada temperatura de queima por tipo de origem	829	Gramas
Quantidade total de argila calcinada para cada origem	2.486	Gramas
Quantidade total de argilas calcinadas	7,5	kg
Quantidade total de arei padrão ABNT	89,6	kg
Quantidade total de cimento CP II F 32	22,4	kg
Número total de massadas (3 temp x 3 finuras x 5 (%) x 3 argilas)	135	Unidades
Número de corpos-de-prova por massada (5 cps x 4 idades)	20	Unidades
Número total de corpos-de-prova moldados (135 misturas x 20 cps)	2.700	Unidades

TABELA 15 – Quantidade de recursos de mão de obra necessários

<b>Recurso Necessário</b>	<b>Quantidade</b>	<b>Unidade</b>
Quantidade de misturas por dia	5	Misturas/dia
Número de dias úteis para moldagem (135 / 5)	27	dias
Horas de moldagem de corpos-de-prova (27 x 4)	108	Horas
Horas para preparação de fôrmas e identificação dos cps (27 x 2)	54	Horas
Dias para rompimento de corpos-de-prova (27 x 4 idades)	108	dias
Horas de rompimento de corpos-de-prova (108 dias x 3,5 h)	378	horas
Total de horas homem trabalhadas	540	horas
Total de dias equivalentes (8h / dia) trabalhadas	68	Dias úteis

TABELA 16 – Quantidade de materiais para cada combinação de mistura

<b>Proporção</b>		<b>Quantidade para cada mistura (gramas)</b>			
<b>Cimento</b>	<b>Pozolana</b>	<b>Cimento</b>	<b>Pozolana</b>	<b>Areias</b>	<b>Água</b>
100%	0%	279	0	836	134
90%	10%	250	28	834	133
80%	20%	222	55	831	133
70%	30%	193	83	829	133
60%	40%	165	110	826	132
Total		830	276	3.320	531

#### 4.8 CARACTERIZAÇÃO DOS MATERIAIS UTILIZADOS NOS ENSAIOS.

Os materiais escolhidos para o estudo foram definidos da seguinte forma:

- Cimento Portland – Tipo CP II F 32 da Cia de Cimento Itambé conforme ABNT – NBR 11.578 por não ter adição de pozolana em sua composição e servir de referência para todo o estudo comparativo. Amostra constituída de um saco de 50 kg retirada da fábrica diretamente da ensacadeira sob Número de Nota Fiscal 23.012 em 05/05/2009. Para efeito de caracterização foram feitos os ensaios físicos e químicos conforme apresentado na tabela 17.

Tabela 17 – Ensaios químicos e físicos do cimento CP II F 32 utilizado na pesquisa.

Resultados fornecidos pelo laboratório de análises químicas e físicas da Cia de Cimento Itambé.

Ensaios Químicos	Teor %	Ensaios Físicos		NBR 11.578	
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	4,06	Exp. A quente	0,83 mm		
SiO <sub>2</sub>	18,57	Início de pega	3:10 h		
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	2,56	Fim de pega	3:51 h		
CaO	59,88	% água Consist.Normal	25,7 %		
MgO	5,27	Blaine (cm <sup>2</sup> /g)	3.287 cm <sup>2</sup> /g		
SO <sub>3</sub>	3,08	Res. Peneira #200	3,96 %		
Perda Fogo	5,64	Res. Peneira #325	17,77 %		
CaO livre	1,54	<b>Resistência à Compressão</b>	1 dia	10,3 MPa	--
Res. Insolúvel	1,28		3 dias	23,7 MPa	≥ 10 MPa
Equiv.Alcalino.	0,63		7 dias	31,1 MPa	≥ 20 MPa
Massa Esp.	3,09 g/cm <sup>3</sup>		28 dias	40,1 MPa	≥ 32 MPa

Tabela 18 - Percentuais dos compostos principais do cimento (Bogue).

C <sub>3</sub> S	C <sub>2</sub> S	C <sub>3</sub> A	C <sub>4</sub> AF
<b>Silicato tricálcico</b>	<b>Silicato dicálcico</b>	<b>Aluminato tricálcico</b>	<b>Ferro-aluminato tetracálcico</b>
<i>Alita</i>	<i>Belita</i>		<i>Celita</i>
62,86 %	5,90 %	6,43 %	7,78 %

Tabela 19 – Módulos do cimento CP II F 32 utilizado.

<b>Módulos Principais</b>	<b>Valor calculado</b>	<b>Referências</b>
Módulo Hidráulico	2,38	1,7 a 2,3
Módulo de sílica	2,81	2,0 a 3,0
Módulo de fundentes	1,59	1,5 a 2,5
Grau de saturação em cálcio	0,98	0,90 a 0,98

- Areia padrão - Para composição da argamassa, a areia utilizada foi a areia Padrão produzida pelo IPT-SP e conforme NBR 7214. A moldagem dos corpos-de-prova foi feita com argamassa de areia, cimento e adição e água conforme a NBR 5752 – Materiais Pozolânicos, determinação de atividade pozolânica com cimento Portland – Índice de atividade pozolânica com cimento.
- Água - rede pública de abastecimento.
- Adições minerais – Diferentes teores de substituição do cimento por argilas calcinadas em diferentes graus de temperatura e classificadas em diferentes finuras. As argilas amostradas foram identificadas da seguinte forma:

Tabela 20 – Identificação das argilas amostradas

<b>Codificação da Amostra</b>	<b>Denominação da amostra</b>
A1	Arcosiana
A2a	Filito 01
A2b	Filito 02
A2c	Filito 03
A3	Filito 04
A6	Caulin Rosa
A7a	Argila Cinza
A7b	Argila amarela
A7c	Argila Campo Largo
A7d	Argila Branca
A7e	Argila Roxa
A8	Filito Sericítico



TABELA 21 – Composição química por Difração de Raios-X

Resultados obtidos no laboratório de química da Cia de Cimento Itambé no equipamento PW 2540 – VRC Simple Changer – Magix – PANalytical a 24 kV e 100 mA.

Amostra	SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	CO <sub>2</sub>	K <sub>2</sub> O	SO <sub>3</sub>	TiO <sub>3</sub>	CaO	MgO	Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	Na <sub>2</sub> O
A1	64,36	19,70	4,18	7,75	2,33	0,11	0,42	0,53	0,28	0,08	0,05	0,04
A2a	58,40	21,26	6,80	8,84	2,87	0,06	0,70	0,13	0,97	0,03	0,05	0,05
A2b	65,65	16,77	6,28	6,18	2,89	0,11	0,68	0,57	0,58	0,03	0,1	--
A2c	66,12	14,43	9,04	5,39	2,42	0,04	0,44	0,97	0,75	0,05	0,08	0,05
A3	61,38	18,67	8,07	--	2,99	0,09	--	0,45	0,80	--	--	--
A6	58,81	25,59	2,28	10,83	1,14	0,03	0,29	0,09	0,17	0,07	0,01	--
A7a	79,81	10,14	2,14	4,50	1,26	0,67	0,45	0,44	0,23	0,13	0,09	0,02
A7b	71,41	13,72	7,03	5,47	0,96	0,07	0,53	0,20	0,20	0,08	0,21	--
A7c	78,47	12,41	2,27	4,90	0,69	0,07	0,62	0,09	0,11	0,09	0,11	0,03
A7d	63,24	24,30	0,91	7,76	1,81	0,12	0,76	0,31	0,30	0,05	0,21	--
A7e	76,08	14,55	1,96	5,27	0,90	0,06	0,60	0,09	0,15	0,05	0,14	0,04
A8	65,21	22,12	1,90	5,54	3,19	3,19	1,18	0,05	0,38	0,07	0,03	0,17

Conforme observa-se na tabela 21, todas as argilas ensaiadas atendem o limite mínimo de 70% definido pelas normas indiana IS 1344-1968, ASTM C 618-1991 e NBR 12.653-1992 dos teores de SiO<sub>2</sub>, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> e Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, ver tabela 9.

O limite mínimo de SiO<sub>2</sub> de 40% também foi atendido por todas as amostras ensaiadas. Os teores máximos de 3% do magnésio, SiO<sub>3</sub> e álcalis Na<sub>2</sub>O e K<sub>2</sub>O também foram atendidos com exceção a argila A8.

Observa-se o teor maior de Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> nas argilas A1 a A3 caracterizadas como filitos. A argila A7b, também apresentou um teor de Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> maior, caracterizando uma argila de cor amarelada.

Os resultados dos ensaios simultâneos de TGA e TDA (Análise termogravimétrica e termo-diferencial) foram obtidas no LAMIR, laboratório de Mineralogia da UFPR com o equipamento Mettler Toledo TGA/STDA851 em amostras de 500 mg em cadinho de alumina com aquecimento na taxa de 10°C/min de 25°C a 1000°C na atmosfera de O<sub>2</sub> e N<sub>2</sub> com vazão de 50 ml/min e estão apresentados em forma de gráfico nas figuras nos ANEXOS.

Tabela 22 – Estimativas dos teores de Caulinita conforme (BATTAGIN, 2003) Equação 05.

A estimativa do teor de caulim é feita pela perda de massa entre 400°C e 800°C em referência à temperatura de desidroxilação e o teor da hidroxila do padrão estrutural da molécula de caulim.

Amostra	Perdas de massa no ensaio de TGA (%)			Teor de Caulinita na base seca %	Pico endotérmico no ensaio TDA °C
	Entre 25°C e 200°C	Entre 200°C e 400°C	Entre 400°C e 800°C		
A1	1,04 %	0,58 %	3,98 %	28,98 %	507,3°C
A2a	0,83 %	1,33 %	3,75 %	27,46 %	493,0°C
A2b	2,18 %	1,42 %	4,11 %	30,54 %	492,0°C
A3 (*)	1,01 %	1,15 %	4,35 %	31,85 %	511,0°C
A6 (*)	0,76 %	0,48 %	7,12 %	51,64 %	517,0°C
A7a	0,53 %	0,25 %	2,82 %	20,36 %	526,0°C
A7b	0,30 %	0,85 %	3,58 %	25,94 %	518,0°C
A7c	0,16 %	0,16 %	3,57 %	25,66 %	517,0°C
A7d	0,56 %	0,15 %	6,47 %	46,68 %	531,0°C
A7e (*)	0,30 %	0,14 %	4,32 %	31,08 %	515,7°C
A8	0,37 %	0,25 %	2,37 %	17,08 %	502,7°C

(\*) Argilas selecionadas para calcinação e ensaios de pozolanicidade NBR 5752-1992

Na tabela 22 estão indicadas as argilas selecionadas A3, A6 e A7e obedecendo aos seguintes critérios de escolha:

- A argila A3 é um filito cuja jazida está localizada relativamente próxima à fábrica de cimento e apresenta um teor de caulinita maior do que os demais filitos. Sua escolha também teve o objetivo de avaliar o efeito da coloração avermelhada decorrente do maior teor de óxido de ferro.
- A argila A6 foi selecionada, pois apresentou o maior teor de caulinita e desta forma se objetivou avaliar o efeito de pozolanicidade para esta condição, em princípio, mais favorável do que as demais.
- A argila A7e foi selecionada para representar as argilas caulínicas da série 7, cujas jazidas estão localizadas próximas umas das outras além de apresentar o teor de caulinita equivalente ao filito A3.
- A argila A7d não foi escolhida, pois apresentou uma jazida com pouca capacidade de reserva para exploração.

## **CAPÍTULO 5 – PROCEDIMENTOS EXPERIMENTAIS.**

### **5.1 ENSAIOS COMPARATIVOS DOS CORPOS-DE-PROVA 5X10 CM E 25X50 MM.**

Conforme descrito no planejamento do experimento, um dos pontos críticos para a proposta do uso de corpos-de-prova de tamanho reduzido é a avaliação da eficiência do rompimento desses em relação aos corpos-de-prova de tamanho padronizado na NBR 7215 de 5 x 10 cm. O objetivo fundamental dessa proposta é o de reduzir a quantidade de material necessário à execução dos ensaios e cujo volume é equivalente a 1/8 do volume padrão. Ou seja, usando-se corpos-de-prova, (cps), cilíndricos com a dimensão de 2,5 cm de diâmetro por 5 cm de altura têm-se o consumo de 1/8 dos materiais consumidos em cps 5 cm x 10 cm. A adoção dessas dimensões, viabiliza a execução de uma quantidade grande de combinações necessárias à produção de resultados que tenham grau de significância estatística e possam garantir confiabilidade das conclusões do estudo.

Para se ter uma avaliação dos efeitos das idades de rompimento, assim como o da dimensão dos corpos-de-prova, foram feitos ensaios aos 7; 14; 28; 63 e 91 dias de idade conforme a tabela 20.

Com os resultados apresentados na tabela 20, conclui-se que à medida que se aumenta a idade de ruptura, os resultados de resistência à compressão, obtidos nos corpos-de-prova menores, aumentam para as mesmas condições de ensaio. Observa-se que neste estudo, a moldagem foi executada pelo mesmo laboratorista e na mesma operação de mistura da argamassa. Aos 28 dias tem-se valores iguais a 96% dos cps 5x10 cm e aos 91 dias 26% acima dos cps normalizados.

Sendo assim concluiu-se que seria possível prosseguir o estudo adotando-se os corpos-de-prova de tamanho reduzido em 1/8 do padrão, sendo observadas as interferências observadas na Tabela 23. Ou seja, existe tendência de se obter resultados maiores do que nos cps 5x10 cm nas idades posteriores a 28 dias e resultados menores nas idades precoces. O efeito da idade não tem explicação aparente observada neste estudo e poderá ser objeto de estudos futuros mais detalhados.

Tabela 23 – Comparativo de resultados de resistência à compressão em c.ps de 5 x 10 cm e 25 x 50 mm

Dimensão dos corpos-de-prova.	7 dias		14 dias		28 dias		63 dias		91 dias	
	D1 5 x10 cm	D2 25x50 mm	D1 5 x10 cm	D2 25x50 mm	D1 5 x10 cm	D2 25x50 mm	D1 5 x10 cm	D2 25x50 mm	D1 5 x10 cm	D2 25x50 mm
Cp 1	23,88	20,79	28,47	30,59	34,51	35,01	37,77	42,44	37,72	46,55
Cp 2	26,74	21,19	28,80	28,80	33,29	34,39	31,51	41,68	38,54	45,19
Cp 3	29,74	23,11	35,17	28,10	35,19	32,14	35,52	39,06	34,23	46,84
Cp 4	25,91	26,24	35,29	28,95	31,14	32,18	---	35,60	----	47,24
Cp 5	---	25,94	---	---	33,65	29,82	----	----	----	----
Média MPa	26,77	23,45	31,93	29,11	33,66	32,22	34,93	39,69	36,83	46,46
SD (MPa)	2,16	2,56	3,81	1,06	1,40	2,20	3,17	3,09	2,29	0,89
Coef. Var.	8,06 %	10,93%	11,93%	3,63%	4,16%	6,84%	9,07%	7,79%	6,21%	1,91%
Relação D2/D1	<b>87,61%</b>		<b>91,16%</b>		<b>95,72%</b>		<b>113,63%</b>		<b>126,14%</b>	

## 5.2 AMOSTRAGEM DAS ARGILAS.

Após determinados os pontos amostragem e de coleta das argilas, segundo orientações da empresa PROGEO e obedecendo critério de distância de até 100 km da região metropolitana de Curitiba, procedeu-se a coleta nos locais determinados, como exemplo, ver figuras 12 e 13.



Figura 12 – Foto de uma extração de areia e argila.

A coleta das amostras teve o caráter de amostragem preliminar, sem haver portanto interesse na avaliação da extensão, nem no valor econômico dela. Também não houve interesse na aquisição da jazida e nem no registro da autorização de concessão de lavra do Ministério de Minas e Energia.

Os locais foram escolhidos por facilidade de coleta sendo do tipo de barrancos e cortes de estrada, locais onde já havia exploração de areias e argilas para outros fins. As amostras continham cerca de 30 a 40 kg de massa total com a umidade natural e não estavam contaminadas pela camada orgânica de solo superficial (figura 14).



Figura 13 – Foto de local de armazenamento de argila branca.



Figura 14 – Foto de cinco amostras coletadas para ensaios.

### 5.3 ENSAIOS DE DIFRAÇÃO DE RAIOS-X.

Feitas as coletas das amostras e devidamente identificadas, procederam-se os primeiros ensaios de caracterização química. O método empregado no laboratório de análises químicas da Cia de Cimento Itambé para as argilas foi o da Difração de Raios-X. O ensaio consiste em secar uma amostra de 500 g de argila em estufa a 100°C durante 2 horas e depois seguido de destorroamento passando pela peneira de malha 0,30 mm. Após isso uma amostra representativa de 100 g era pesada em balança eletrônica e submetida a moagem centrífuga com discos de liga de tungstênio conforme equipamento mostrado nas figuras 15 e 16. Após a moagem, a amostra de argila micro-pulverizada no moinho centrífugo era colocada em pastilha de alumínio e prensada em equipamento pneumático, formando uma pastilha para o ensaio de difração de raios-x.(figuras 15 a 22)



Figuras 15 e 16 – Equipamento de moagem centrífuga com discos excêntricos.



Figura 17 – Pastilha de argila após prensagem



Figura 18 – Equipamento de ensaio de Raios-x.





Figura 19 – Detalhe dos suportes das pastilhas do equipamento de raios-x automatizado.



Figura 20 – Vista interna do Equipamento de Raios-x do Laboratório da Cia de Cimento Itambé.



Figura 21- Local de posicionamento da amostra para o ensaio de raios-x



Figura 22 - Amostra sendo ensaiada.

Os resultados dos ensaios de Raios-X realizados com as amostras das argilas, estão apresentados na Tabela 21.

#### 5.4 ANÁLISES TERMOGRAVIMÉTRICAS E TERMODIFERENCIAIS-TGA E TDA.

As amostras secas e peneiradas, também foram encaminhadas ao Laboratório de Análises de Minerais e rochas da Universidade Federal do Paraná – LAMIR sob a orientação do químico pesquisador Dr. José Eduardo F. da Costa Gardolinski, para execução dos ensaios TGA e TDA (Figura 23), de perda de massa até 1000°C com objetivo de identificação da presença e quantificação dos teores de caulinita através da reação endotérmica de desidroxilação entre 400°C e 800°C.



Figura 23 – Equipamento de análise termo-diferencial e termo-gravimétrica do LAMIR – UFPR.



## 5.5 PREPARAÇÃO E CALCINAÇÃO DAS ARGILAS PARA OS ENSAIOS.

Após os ensaios químicos de caracterização das argilas e os ensaios TGA e TDA, os teores de caulinita foram calculados conforme Battagin (2003), utilizando a equação 5, e três argilas foram selecionadas para os ensaios do índice de atividade pozolânica com o cimento (NBR 5752) com corpos-de-prova reduzidos, método proposto.

Com as argilas selecionadas foram seguidos os trabalhos de calcinação a 650°C, 750 °C e 850°C, moagem e peneiramento nas malhas de #200 (0,075 mm) e #300 (0,045 mm) até obtenção das 27 amostras de 277 gramas cada. Sendo para cada combinação do tipo de argila (três tipos), três graus de finura e três temperaturas de calcinação (Figura 24).



Figura 24 – Mufla do laboratório da Cia de Cimento Itambé para calcinação das argilas.

### 5.5.1 Classificação pela finura.

Após a calcinação nas temperaturas especificadas, as argilas foram moídas, peneiradas, embaladas e devidamente identificadas conforme as figuras 25 a 27.



Figura 25 – Amostras da argila A6 separadas pela temperatura de calcinação e grau de finura.



Figura 26 – Amostras da argila A3 separadas pela temperatura de calcinação e grau de finura.



Figura 27 – Amostras da argila A7e separadas pela temperatura de calcinação e grau de finura.

## 5.6 CARACTERIZAÇÃO DAS ARGILAS CALCINADAS.

Na tabela 24 são apresentados os resultados dos ensaios físicos das argilas após calcinação, como massa específica, área específica e perda ao fogo.

Tabela 24 – Caracterização das argilas após calcinação e moagem.  
(Ensaio realizados no laboratório da Cia de Cimento Itambé)

Temperaturas		Calcinação a 650°C			Calcinação a 750°C			Calcinação a 850°C		
Argilas		A3	A6	A7e	A3	A6	A7e	A3	A6	A7e
Perda Massa TGA		6,51%	8,36%	4,76%	6,51%	8,36%	4,76%	6,51%	8,36%	4,76%
Finura in Natura	N° Amostra Calcinação	01	11	21	04	14	24	07	17	27
	Massa amostra (g)	632	544	591	583	544	581	613	673	614
	Perda ao Fogo	4,6%	5,91%	2,49%	5,2%	6,99%	3,01%	6,1%	7,36%	3,44%
	Eficiência da queima PF/TGA	71%	71%	52%	80%	84%	63%	94%	88%	72%
	Massa Específica	2,63	2,60	2,59	2,62	2,57	2,58	2,62	2,55	2,57
	Blaine cm <sup>2</sup> /g	4.060	4.330	3.660	5.100	5.220	3.780	6.110	5.980	3.950
Finura # 200	N° Amostra Calcinação	02	12	22	05	15	25	08	18	28
	Massa amostra (g)	457	554	557	511	574	486	494	570	535
	Massa Específica	2,63	2,59	2,58	2,63	2,57	2,58	2,61	2,56	2,57
	Blaine cm <sup>2</sup> /g	8.840	5.690	7.620	9.980	9.040	9.060	12.140	9.960	9.620
Finura # 325	N° Amostra Calcinação	03	13	23	06	16	26	09	19	29
	Massa amostra (g)	586	548	575	568	568	633	578	587	668
	Massa Específica	2,64	2,60	2,60	2,63	2,58	2,59	2,61	2,55	2,56
	Blaine cm <sup>2</sup> /g	10.100	8.710	9.760	11.230	10.570	10.110	13.680	12.308	10.840

## 5.7 MONTAGEM DAS FÔRMAS AGRUPADAS PARA OS ENSAIOS.

Para se obter maior rapidez nas operações de montagem, moldagem, desforma e preparação das fôrmas de moldagem, foi desenvolvido um projeto para contemplar 15 cps numa mesma fôrma, conforme figuras 28 e 29.

Os materiais utilizados foram o náilon e madeira recoberta com tinta epóxi, conforme as figuras apresentam.

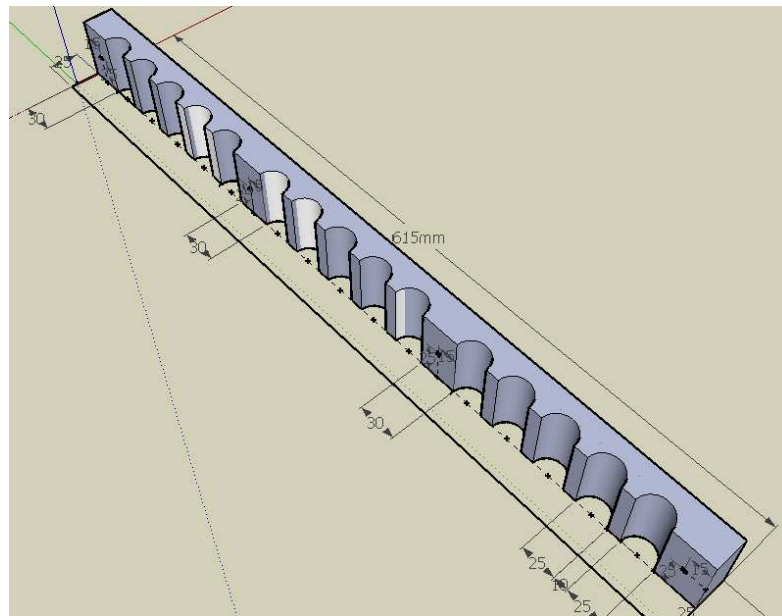


Figura 28 – Desenho esquemático das fôrmas desenvolvidas (duas partes)



Figura 29 – Foto da fôrma de madeira com pintura em tinta epóxi.

## 5.8 PREPARAÇÃO DO TANQUE DE CURA COM TEMPERATURA CONTROLADA.

Como a norma requer cura térmica nos primeiros 28 dias, construiu-se um tanque com água aquecida por uma resistência elétrica acoplada a um termostato e contactor elétrico. O reservatório plástico de 500 litros continha em seu interior caixas herméticas que ficavam submersas parcialmente na água aquecida na temperatura especificada. Após a colocação das caixas estanques, fechava-se o reservatório com tampa para conservar a temperatura em  $38^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$  enquanto a resistência elétrica e termostato eram ativados (figuras 30 a 32).



Figura 30 – Foto da caixa de cura térmica em banho com água aquecida.



Figura 31 – Foto da caixa de cura térmica com a tampa superior.





FIGURA 32 – Foto do termostato para controle da temperatura..

## 5.9 PREPARAÇÃO DA ARGAMASSA.

A preparação da argamassa com a areia padrão foi feita conforme as recomendações da (NBR -5752) sendo as quantidades dos materiais ajustados para o volume de 0,540 litros, suficiente para a moldagem de 20 corpos-de-prova 25x50 mm com uma sobra para perdas de 10%. A Tabela 25 com as quantidades foi elaborada para facilitar a operação de pesagem dos materiais (Figura 33).



Figura 33 – Pesagem de uma das frações de areia padrão ABNT em balança eletrônica.

Tabela 25 – Quantidades de material para a moldagem de 20 corpos-de-prova 25x50 mm

% de Adição	Massa em gramas para moldagem de 20 cps.			
	Cimento	Argila Calcinada	Areia Padrão	Água
0%	279	-	4 x 209,0	134
10%	250	28	4 x 208,5	133
20%	222	55	4 x 208,0	133
30%	193	83	4 x 207,0	133
40%	165	110	4 x 206,5	132

Cada material foi pesado separadamente e depois misturado conforme a NBR 7215 – Cimento Portland – determinação da resistência à compressão (Figuras 34 a 37).



Figura 34 – Pesagem do cimento e da argila



Figura 35 - Controle da temperatura da água de amassamento.



Após a pesagem de cada material a mistura foi realizada em misturador mecânico de movimento planetário conforme NBR 7215:1996.



Figura 36 – Mistura da argamassa em misturador mecânico – NBR 7215:1996.

#### 5.10 MOLDAGEM DOS CORPOS-DE-PROVA 25X50 MM.

A moldagem dos corpos-de-prova nas fôrmas agrupadas foi realizada conforme procedimento proposto. Foi feita em três camadas, aplicando-se 15 golpes em cada com soquete em aço com diâmetro de 10 mm.



Figura 37 – Adensamento com soquete de aço de 10 mm de diâmetro.

Após adensamento e regularização dos topos dos corpos-de-prova, foi colocada uma membrana plástica cobrindo a superfície exposta protegendo contra perda de água por evaporação (Figura 38).



Figura 38 – Proteção dos corpos-de-prova contra evaporação.

### 5.11 DESFORMA E IDENTIFICAÇÃO DOS CORPOS-DE-PROVA.

Com cura inicial de 24 horas dentro das fôrmas, os corpos-de-prova foram desmoldados e devidamente identificados com lápis de cera para não perderem a marcação em contato com água. Cada mistura contendo 20 corpos-de-prova era dividida em grupos de 5 corpos-de-prova cujas marcações das idades de ruptura eram feitas para 7, 28, 63 e 91 dias (figuras 39, 40 e 41).



Figura 39 – Separação das misturas e identificação para a idades de rompimento.



Figura 40 – As idades de rompimento foram abreviadas em 7, 8, 3 e 1 respectivamente para as idades de 7; 28; 63 e 91 dias.

Em seguida cada agrupamento com a mesma idade e data de rompimento foi isolado com elásticos de borracha e acondicionado em recipiente estanque e fechado com flutuabilidade na água aquecida do tanque de cura térmica.



Figura 41 – Cada idade de ruptura foi agrupada nas caixas de cura térmica.

## 5.12 COLOCAÇÃO NA CURA TÉRMICA.

Com a água já aquecida em  $38 \pm 2$  °C as caixas flutuantes foram cuidadosamente colocadas no tanque de cura para garantir a flutuação das mesmas (figuras 42 a 44).



Figura 42 – Recipiente flutuante contendo os cps dentro da caixa de cura térmica.



Figura 43 – Caixa fechada mantendo os corpos-de-prova em cura seca e aquecida.



Figura 44 – Detalhe da caixas abertas flutuando na água aquecida a  $38^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ .



### 5.13 CAPEAMENTO COM ENXOFRE DOS CPS 25 X 50 MM.

Antes do capeamento dos corpos-de-prova, cada exemplar tinha o seu diâmetro medido no meio da altura, assim como a sua altura (Figura 45).



Figura 45 – Medição do diâmetro do exemplar com paquímetro com leitura digital.

Então uma composição de enxofre foi preparada para a elaboração do capeamento dos topos e bases de cada exemplar.

Para atender ao diâmetro dos corpos-de-prova, foi desenvolvido um capeador apropriado para as suas dimensões reduzidas (figuras 46 e 47)



Figura 46 – Detalhe do capeador feito em aço com torno mecânico.



Figura 47 – Detalhe de uma série de exemplares devidamente capeados com enxofre.

#### 5.14 Rompimento dos cps.

Em seguida, os corpos-de-prova foram submetidos ao carregamento em prensa modelo PC 200, com leitura digital. A velocidade de carregamento foi ajustada para que o rompimento se desse com tempo de aplicação da carga superior a 30 segundos, ou seja com velocidade de carregamento com tensões inferiores a  $10 \text{ kgf/cm}^2/\text{s}$  conforme figuras 48 e 49.



Figura 48 – Colocação do corpo de prova na prensa para ensaio de compressão.



Figura 49 – Detalhe do posicionamento do corpo-de-prova na prensa de ensaio.

Os resultados de rompimento foram registrados em planilhas de laboratório previamente preparadas para as anotações das alturas, diâmetros e carregamento em kN (quilonewton). As leituras do indicador digital em kN foram feitas com precisão de quatro casas decimais conforme indicado na Figura 50.

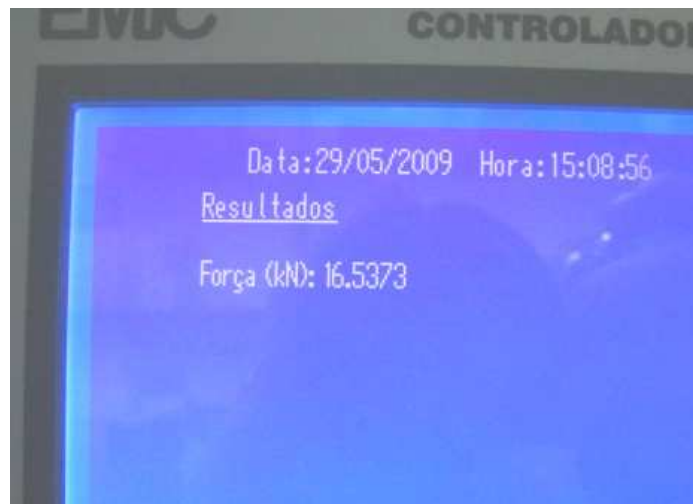


Figura 50 – Detalhe do display digital indicador da carga de ruptura em kN.

## 6. ANÁLISE DOS RESULTADOS

A análise dos resultados dos ensaios de resistência à compressão deve ser feita através de um método estatístico. O objetivo dos métodos estatísticos é validar os resultados e as conclusões assim como identificar possíveis erros ou variações que possam interferir de maneira a comprometê-los.

O método utilizado foi o da análise da variância ANOVA. Onde variância é o quadrado do desvio padrão, utilizada assim para obter os cálculos de maneira mais fácil.

A tabela ANOVA tem seu uso necessário para avaliar se determinado fator, característica ou propriedade controlada no ensaio, afeta ou não determinado resultado (variável de resposta).

Essa análise parte da premissa de que existem interferências sistemáticas e interferências aleatórias. As interferências sistemáticas são aquelas que podem ser previstas e explicadas através de uma lei ou correlação matemática de um determinado fenômeno. As interferências aleatórias são aquelas imprevisíveis e inerentes aos materiais, procedimentos e condições diversas que afetam os resultados de forma randômica sem qualquer lógica compreensível (erro aleatório).

Desta forma, a análise de variância busca identificar e isolar os efeitos aleatórios e os efeitos sistêmicos comparando a variância obtida nos ensaios com a variância calculada por uma distribuição teórica de probabilidade. A partir desta comparação pode-se dizer se determinado fator, afeta ou não, a variável de resposta assim como se pode determinar o risco de cometer um erro nessa avaliação estatística (significância).

Todos os resultados dos ensaios de resistência estão listados nos ANEXOS de 13 a 24.



## 6.1 ANÁLISE DOS RESULTADOS AOS 7 DIAS – TABELA ANOVA.

A tabela 26 apresenta os resultados do cálculo das variâncias das resistências aos 7 dias (Anexos 13 a 15) e aponta se os efeitos dos fatores isolados ou suas combinações são ou não significativos. Se o F calc for menor que o F tabelado, a fonte de variação não é significativa.

Tabela 26 – Tabela ANOVA – Resultados de 7 dias

Fonte de Variação	TC	499.915	GDL	MQ	Fcalc	F tab	Signif
<b>Temperatura</b>	SQA	1.447	2	723,5	190	3,01	S
<b>Tipo Argila</b>	SQB	82	2	41,1	11	3,01	S
<b>Finura</b>	SQC	2.905	2	1452,6	381	3,01	S
<b>Teor Argila</b>	SQD	1.275	4	318,8	84	2,39	S
Temp + Argila	SQAB	1.477	4	369,2	97	2,39	S
Temp + Finura	SQAC	900	4	225,0	59	2,39	S
Temp + Teor%	SQAD	54	8	6,8	1,79	1,96	N
Argila + Finura	SQBC	221	4	55,4	15	2,39	S
Argila + Teor%	SQBD	104	8	12,9	3,40	1,96	S
Finura + Teor%	SQCD	1.738	8	217,2	57	1,96	S
Temp+Tipo+Finura	SQABC	1.078	8	134,8	35	1,96	S
Temp+Finura+Teor	SQACD	483	16	30,2	7,93	1,66	S
Temp+Tipo+Teor	SQABD	278	16	17,4	4,57	1,66	S
Tipo+Finura+Teor	SQBCD	343	16	21,4	5,63	1,66	S
Verificação	SQABCD	610	32	19,1	5,01	1,47	S
2.057	SQerro	2.057	540	3,8			
15.053	SQT	15.053	674	22,3			

### 6.1.1 Efeito dos fatores isolados.

- Temperatura – Na tabela 26, ANOVA, o fator da temperatura de calcinação das argilas para a idade de 7 dias foi significativo, ou seja, o fator temperatura afeta os resultados de pozolanicidade.
- Tipo ou origem da argila – O efeito da origem das argilas foi pouco significativo pois a variância foi pequena em relação aos demais fatores.
- Finura – O fator da finura das argilas na idade de 7 dias foi o mais significativo entre todos os fatores, resultando na maior variância.
- Teor da argila na mistura – O fator do teor de substituição do cimento por argila calcinada para a idade de 7 dias foi também bastante significativo.

### 6.1.2 AMM – Análise múltipla das médias – 7 dias.

O LD (limite de decisão) resultante foi igual a 2,62 MPa

- Temperatura e Origem da argila – para as argilas A6 e A7e, o efeito exclusivo da temperatura foi importante para a pozolanicidade. Para a argila A3 não apresentou ser significativo nas médias (Figura 51).

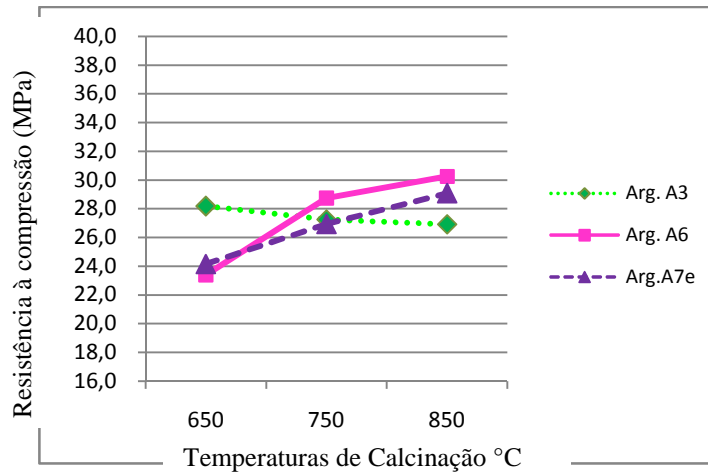


Figura 51 – Gráfico de AMM 7dias – Fatores Temperatura x Origem da argila

- Temperatura e Finura – para os graus de finura ‘in natura’ e #200, o efeito da temperatura na pozolanicidade foi evidente. Porém para a finura de #325, a temperatura não teve influência significativa no efeito médio da pozolanicidade das argilas aos 7 dias (Figura 52).

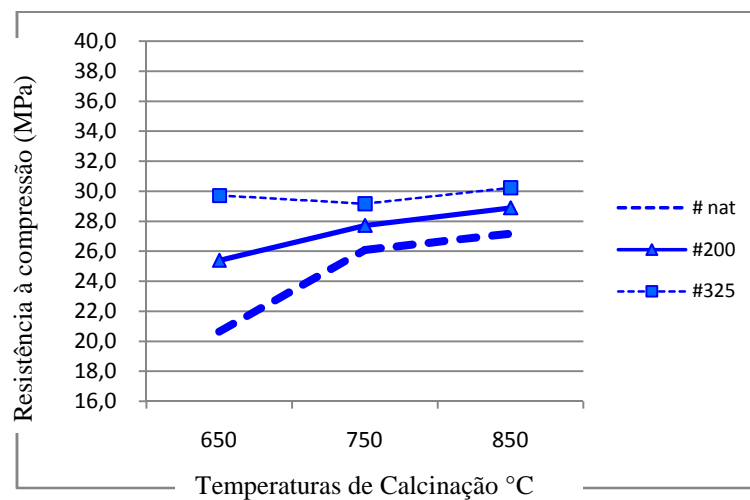


Figura 52 – Gráfico de AMM 7DIAS – Fatores Temperatura x Finura da argila

- Temperatura e Teor da argila – a diferença entre as temperaturas foi significativa entre 650°C e 850°C . A adição de 40 % apresentou perda considerável de resistências aos 7 dias em todas as temperaturas de calcinação. A diferença expressiva entre os ensaios de referência será tratada no item 6.1.3.1 (Figura 53).

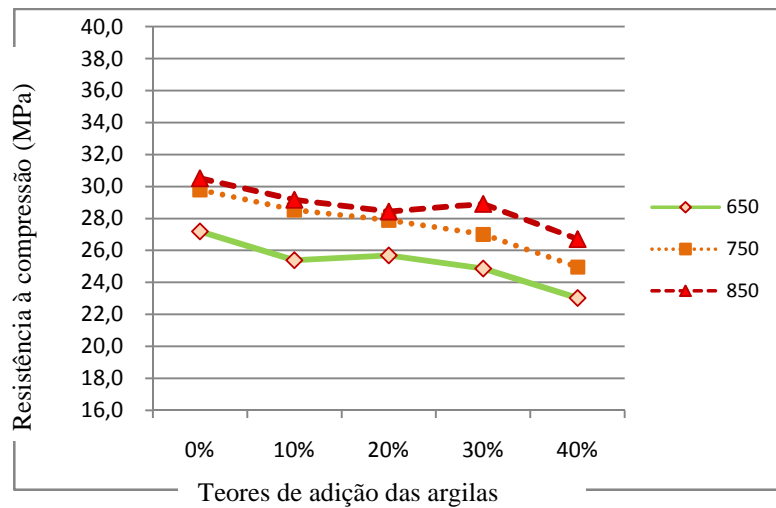


FIGURA 53 – Gráfico de AMM 7DIAS – Fatores Teor x Temperatura

- Origem da argila e Finura – todas argilas tiveram efeito significativo da finura #325 sobre a referência “in natura”, porém não houve diferenças significativas entre as argilas (Figura 54).

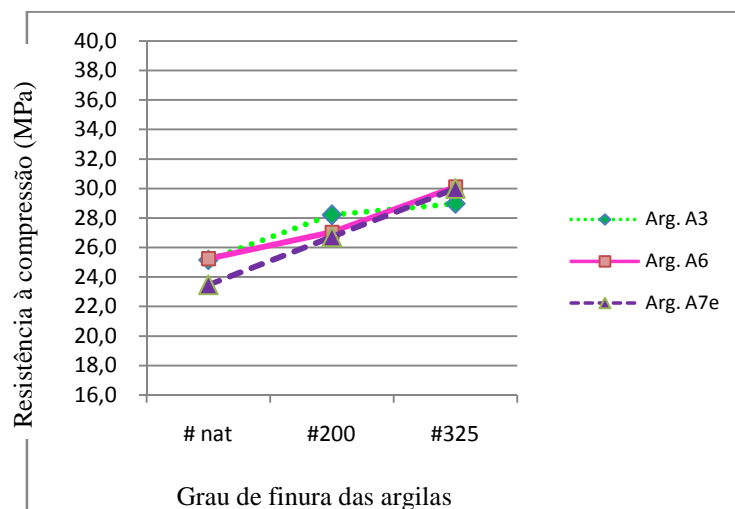


Figura 54 – Gráfico de AMM 7 DIAS – Fatores Finura x Origem da argila

- Origem da argila e o Teor (Figura 55) – Todas as argilas tiveram desempenho similar nos teores entre 10% e 30%, tendo uma perda de eficiência no teor de 40% mais acentuada nas argilas A3 e A7e. No teor de 40% a argila A6 apresentou um desempenho médio superior aos 7 dias.

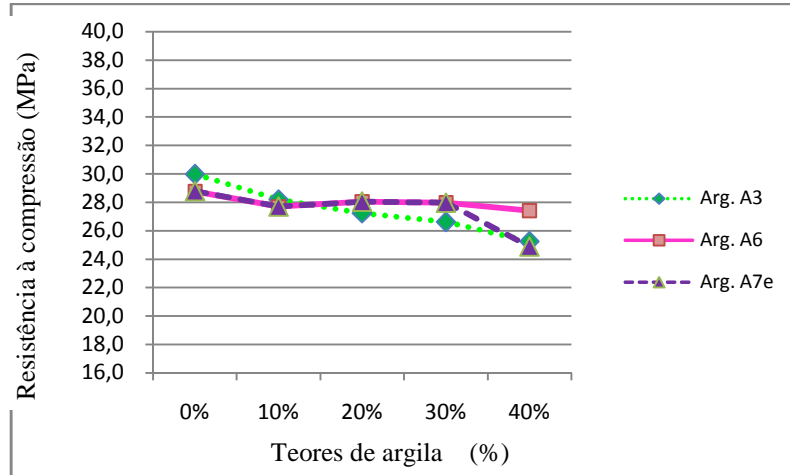


FIGURA 55 – Gráfico de AMM 7 DIAS – Fatores Teor x Origem da argila

- Finura e teor da argila – O fator finura foi bastante significativo na graduação “in natura” onde o aumento dos teores de argila implicou em perda considerável de desempenho. Ficou bastante evidente que o material em estado natural de finura não apresenta indícios de pozolanicidade, pois para cada 10% de substituição de cimento por pozolana apresentou em média 10% de perda de resistência (Figura 56).

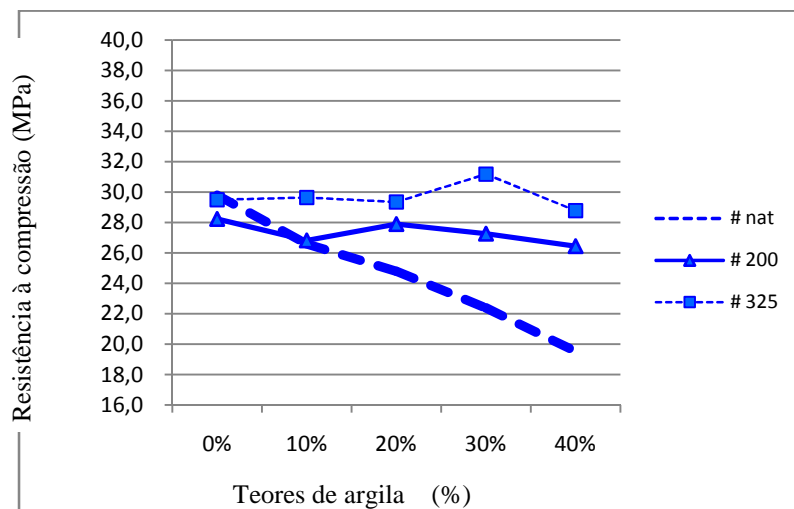


Figura 56 – Gráfico de AMM 7 DIAS – Fatores Teor x Finura da argila

### 6.1.3 Análise da variabilidade e dos fatores controlados aos 7 dias.

#### 6.1.3.1 Variabilidade dos ensaios de referência aos 7 dias.

Todas as misturas realizadas foram acompanhadas da mistura de referência que era constituída de 100% de cimento. Desta forma, cada ensaio realizado teve sempre o ensaio de referência como parâmetro comparativo. Esse procedimento também foi importante para avaliar a variabilidade total dos ensaios durante todo o estudo. Se a mistura foi sempre a mesma, com os mesmos materiais e as mesmas condições e procedimentos de ensaio os resultados tenderiam a um valor centrado e um desvio padrão reduzido representativo da variabilidade dos procedimentos envolvidos.

Com os resultados aos 7 dias (Anexos 13 a 15) foi obtida a média de resistência dos corpos-de-prova 25 x 50 mm igual a 29,2 MPa e um desvio padrão de 3,6 MPa, ou seja um coeficiente de variação de 12,20%.

Usando-se o critério do ACI 214 como referência para controle de qualidade de concreto, o coeficiente de variação igual a 12,2%, é classificado como “RAZOÁVEL”, pois está acima de 11%. Entende-se que para um estudo de laboratório, o resultado poderia melhorar para essa idade de ensaio, ou seja, os procedimentos de moldagem dos corpos-de-prova devem ser aperfeiçoados.

#### 6.1.3.2 Efeito da Finura aos 7 dias de idade pelo Índice de Atividade Pozolânica – NBR 5752/1992.

O efeito da finura aos 7 dias ficou bastante evidente conforme mostra as figuras 57, 58 e 59. Na primeira figura, os índices de atividade pozolânica da argila sem moagem, “in natura” apresentam uma perda significativa dos índices quando se aumenta os teores de substituição do cimento, na proporção de 10% de perda para cada 10% de adição. Esses resultados indicam que a atividade pozolânica das argilas sem moagem, não ocorre ou ocorre em pouquíssima intensidade imperceptível nos ensaios executados na idade de 7 dias.

Nas argilas classificadas passando pela peneira de malha #200 (0,075 mm) a atividade pozolânica está evidenciada principalmente nas argilas A6 e A7e e com maior intensidade nas temperaturas de queima de 750°C e 850°C (figura 58).

Nessas argilas, o teor de 20% apresentou índice de pozolanicidade entre 85% e 115%, o que pode ser explicado supostamente pela sobreposição do efeito físico (aumento da compactidade) e químico (atividade pozolânica),(ver figura 58).

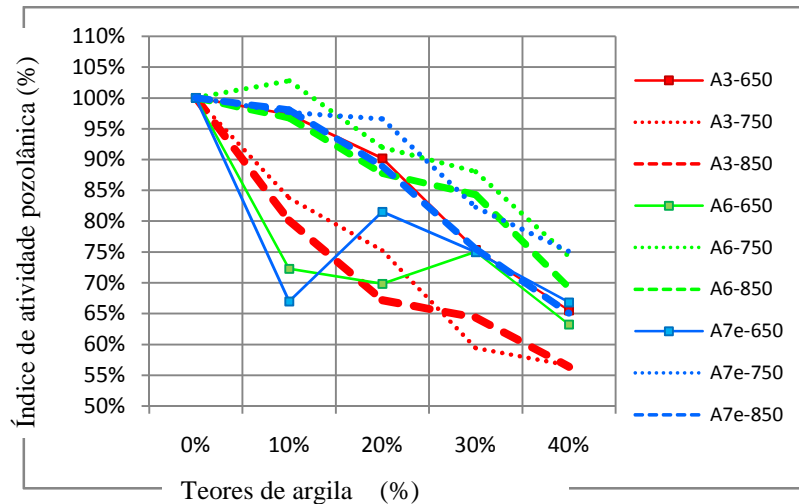


Figura 57 – Argilas com grau de finura “ In natura “ – 7 dias

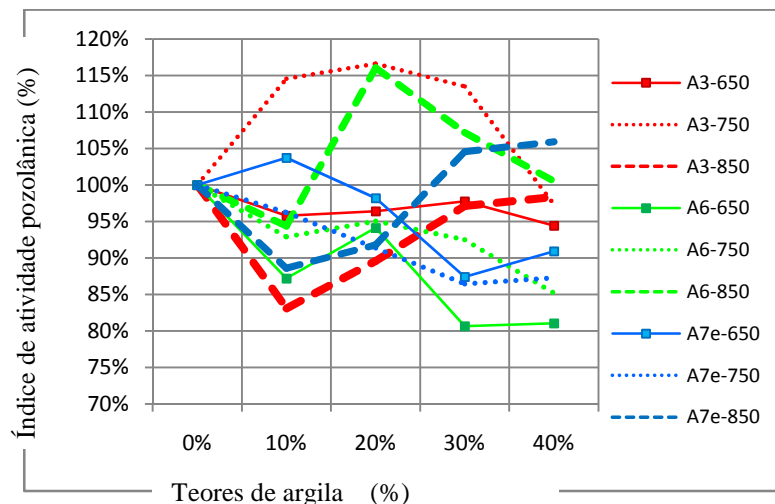


Figura 58 – Argilas passantes na # 200 (0,075 mm) – 7 dias

A temperatura de queima de 650°C nas argilas A6 e A7e para a finura de #200 (0,075 mm) também apresentam índice de atividade pozolânica baixos (figura 58).

A argila A3 apresentou uma perda de eficiência do índice para a temperatura de queima de 850°C em comparação a 650°C e 750°C. U ma hipótese para esse comportamento é a formação de outros compostos químicos como a mulita, que na forma cristalina não tem propriedades pozolânicas (figura 58).

A argila A6 apresentou maiores perdas do que as outras no teor de 40% em relação aos teores menores de 30% e 20% na idade de 7 dias (figura 59).

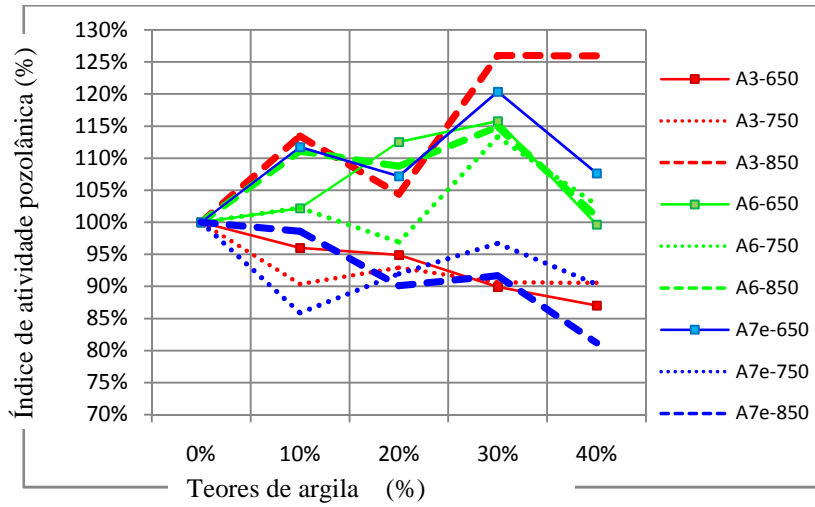


Figura 59 – Argilas passantes na # 325 (0,045 mm) – 7 dias

Para as argilas selecionadas passando pela peneira #325 (0,045 mm), (ver figura 70), ocorreram índices de atividade pozolânica muito expressivos para as temperaturas de queima entre 750°C e 850°C, mantend o-se acima de 95% nas argilas A3 e A6.

A argila A7e teve um comportamento inverso das argilas A3 e A6 com relação à temperatura de queima, pois a maior temperatura resultou em menores resistências para essa classe de finura aos 7 dias (figura 59)

### 6.1.3.3 Efeito da temperatura de calcinação das argilas no Índice de Atividade Pozolânica aos 7 dias de idade – (NBR 5752/1992).

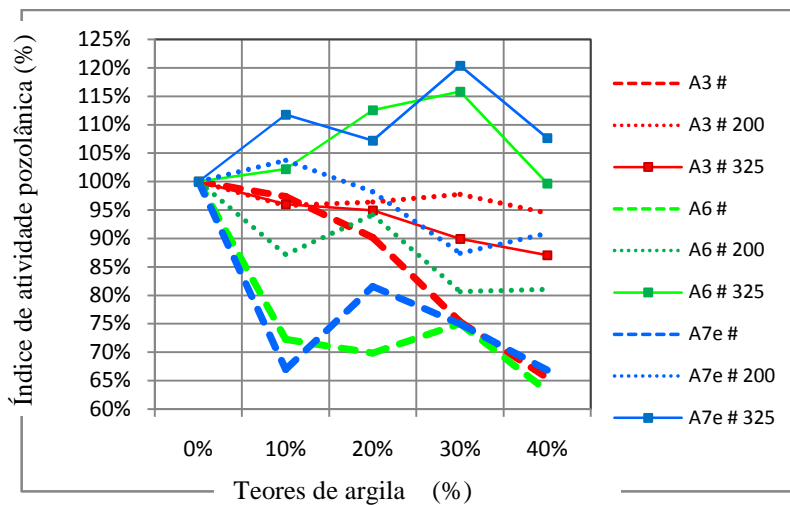


Figura 60 – Argilas Calcinadas a 650 °C – 7 dias

O efeito da temperatura de calcinação como já foi descrito na análise da finura, está mais evidente nas classes de finura de #200 e #325, com índice de atividade pozolânica acima de 80%. Nas argilas com classe de finura sem moagem “in natura” observa-se uma perda considerável na pozolanicidade em todas as temperaturas de queima (figuras 60, 61 e 62).

Para as temperaturas de queima de 750°C e 850°C fica evidente o ganho de atividade pozolânica para as classes de finura de #200 e #325 (figuras 61 e 62).

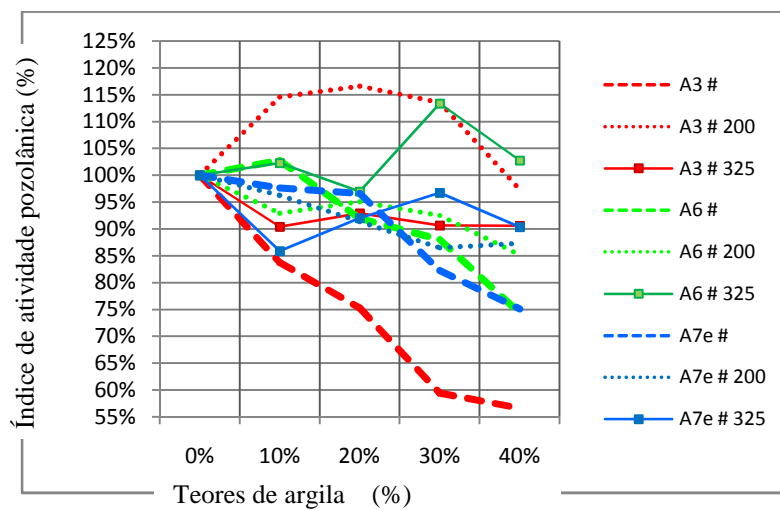


Figura 61 – Argilas Calcinadas a 750 °C – 7 dias

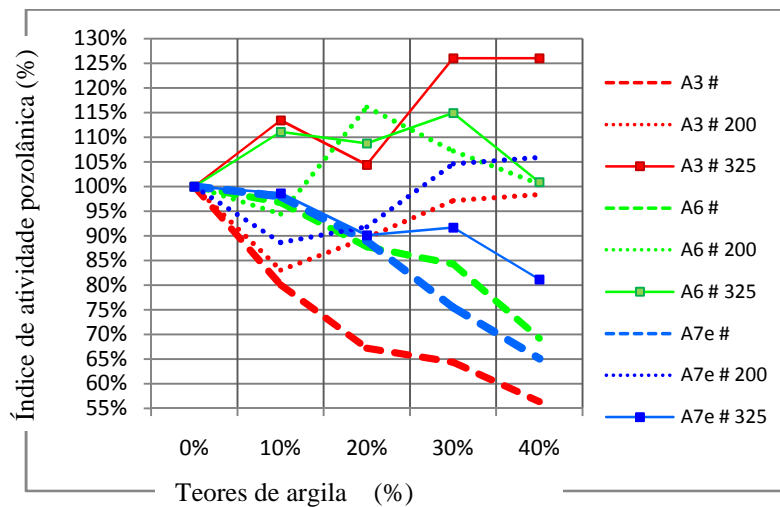


Figura 62 – Argilas Calcinadas a 850 °C – 7 Dias



## 6.2 ANÁLISE DOS RESULTADOS AOS 28 DIAS – TABELA ANOVA.

A tabela 27 apresenta os resultados do cálculo das variâncias das resistências aos 28 dias (Anexos 16 a 18) e aponta se os efeitos dos fatores isolados ou suas combinações são ou não significativos. Se o F calc for menor que o F tab, a fonte de variação não é significativa.

Tabela 27 – Tabela ANOVA – Resultados de 28 dias

Fonte de Variação	TC	694.913	GDL	MQ	Fcalc	F tab	Signif
<b>Temperatura</b>	SQA	202	2	100,9	20	3,01	S
<b>Tipo Argila</b>	SQB	200	2	99,9	20	3,01	S
<b>Finura</b>	SQC	2.394	2	1.196,8	241	3,01	S
<b>Teor Argila</b>	SQD	2.475	4	618,6	125	2,39	S
Temp + Argila	SQAB	16	4	4,0	0,80	2,39	N
Temp + Finura	SQAC	1.730	4	432,6	87	2,39	S
Temp + Teor%	SQAD	200	8	25,0	5	1,96	S
Argila + Finura	SQBC	584	4	146,0	29	2,39	S
Argila + Teor%	SQBD	433	8	54,1	11	1,96	S
Finura + Teor%	SQCD	2.363	8	295,4	59	1,96	S
Temp+Tipo+Finura	SQABC	3.750	8	468,7	17	1,95	S
Temp+Finura+Teor	SQACD	444	16	27,8	0,99	1,66	N
Temp+Tipo+Teor	SQABD	213	16	13,3	0,48	1,66	N
Tipo+Finura+Teor	SQBCD	287	16	18,0	0,64	1,66	N
Verificação	SQABCD	894	32	27,9	6	1,47	S
2.681	SQR	2.681	540	5,0			
18.865	SQT	18.865	675	27,9			

### 6.2.1 Efeito dos fatores isolados

- Temperatura – Na tabela 27 (ANOVA) o fator da temperatura de calcinação das argilas para a idade de 28 dias foi menos significativo do que aos 7 dias, e menos significativo do que a temperatura e o teor de argila.
- Tipo ou origem da argila – O efeito da origem das argilas foi pouco significativo pois a variância foi pequena em relação aos demais fatores.
- Finura – O fator da finura das argilas na idade de 28 dias foi o mais significativo entre os fatores pois o F calculado resultou mais afastado do F tabelado (tabela 27).
- Teor da argila na mistura – O fator do teor de substituição do cimento por argila calcinada para a idade de 28 dias foi bastante significativo.

### 6.2.2 AMM – Análise múltipla das médias – 28 dias.

O LD (limite de decisão) resultante foi igual a 2,99 MPa

- Temperatura e Origem da argila – para todas as argilas o efeito da temperatura chegou próximo do limite de decisão somente entre 650°C e 850°C, ou seja aos 28 dias as diferenças foram pouco significativas entre as temperaturas (figura 63).

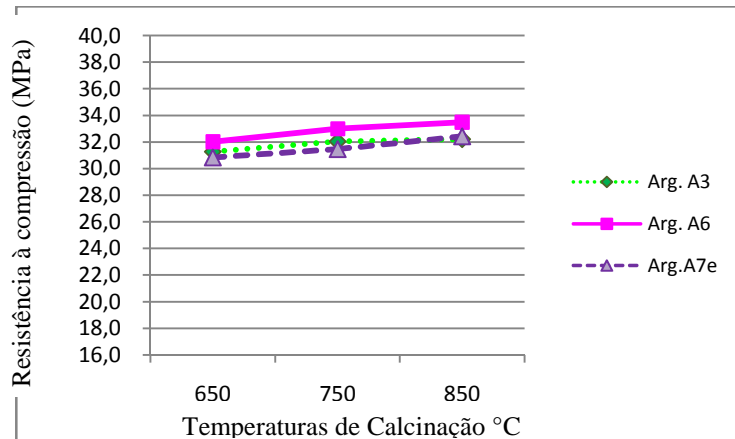


Figura 63 – Gráfico de AMM 28 DIAS – Fatores Temperatura x Origem da argila

- Temperatura e Finura – para os graus de finura “in natura”, não houve efeito significativo da temperatura na pozolanicidade. Porém para a finura de #325, a temperatura teve influência significativa no efeito de médio da pozolanicidade das argilas. Na finura de #200 ocorreu uma perda com o aumento da temperatura sem uma explicação aparente na idade de 28 dias (figura 64).

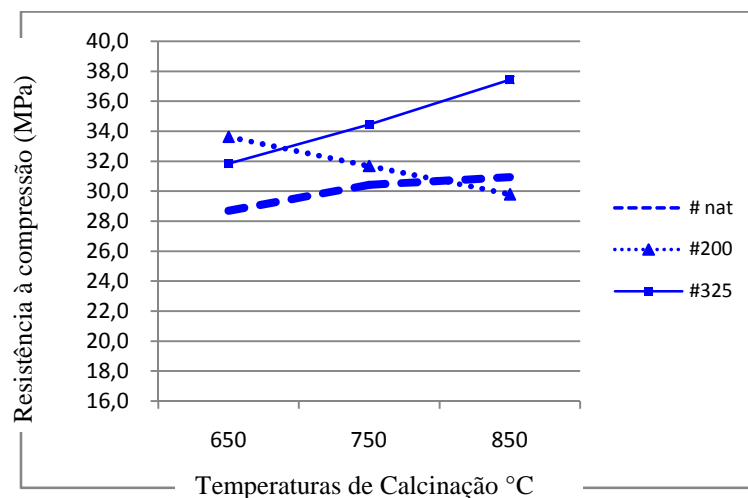


Figura 64 – Gráfico de AMM 28 dias – Fatores Temperatura x Finura da argila

- Temperatura e Teor da argila – para todas as temperaturas, os teores de adição de argila entre 10% e 40% tiveram efeito significativo em relação à referência de 0%. A diferença entre as temperaturas foi significativa entre 650°C e 850°C nos teores acima de 20%. A adição de 40% apresentou perda considerável de resistências em todas as temperaturas de calcinação (figura 65). A variação nos ensaios de referência com 0% de adição para a idade de 28 dias está explicada no item 6.2.3.1

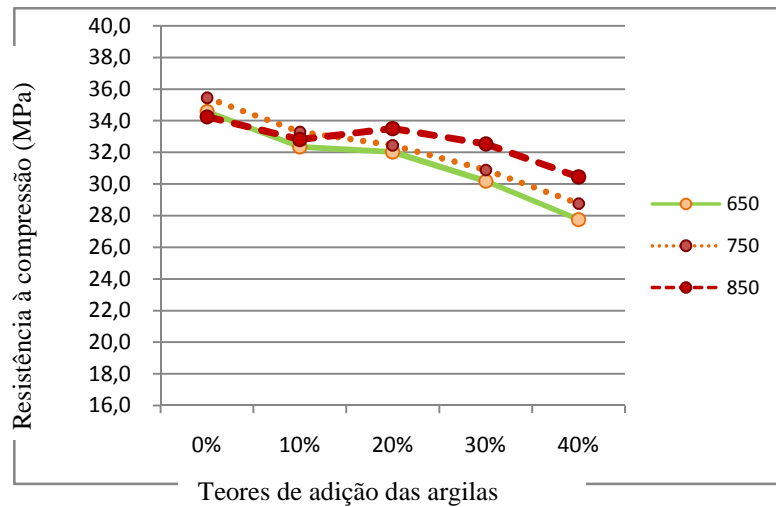


Figura 65 – Gráfico de AMM 28 DIAS – Fatores Teor x Temperatura

- Origem da argila e Finura – As argilas tiveram efeito significativo da finura #325 sobre a referência “in natura”, porém não houve significância entre as duas finuras de #200 e a “in natura” para as argilas A6 e A7e. A argila A3 apresentou um crescimento acentuado na finura de #200 em relação à graduação “in natura” (figura 66).

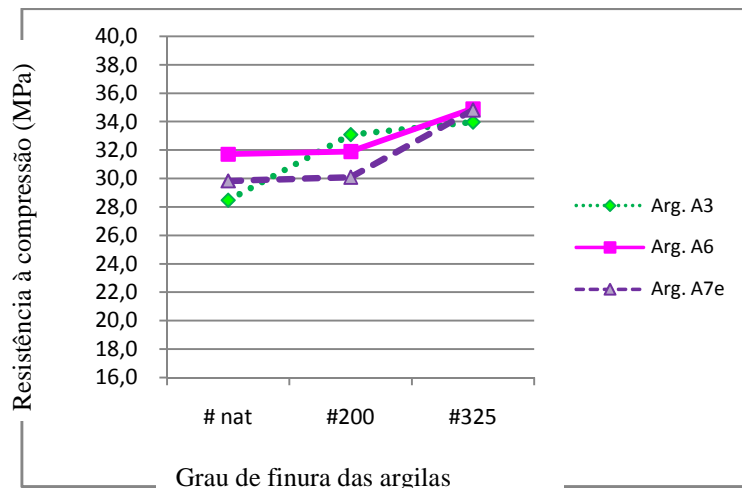


Figura 66 – Gráfico de AMM 28 DIAS – Fatores Finura x Origem da argila

- Origem da argila e o Teor – Todas as argilas tiveram desempenho similar nos teores entre 10% e 20%, tendo uma perda de eficiência nos teores de 30% e 40%, mais acentuada nas argilas A3 e A7e. No teor de 40% a argila A6 apresentou um desempenho médio superior (figura 67). A diferença no ensaio de referência está explicada no item 6.2.3.1.

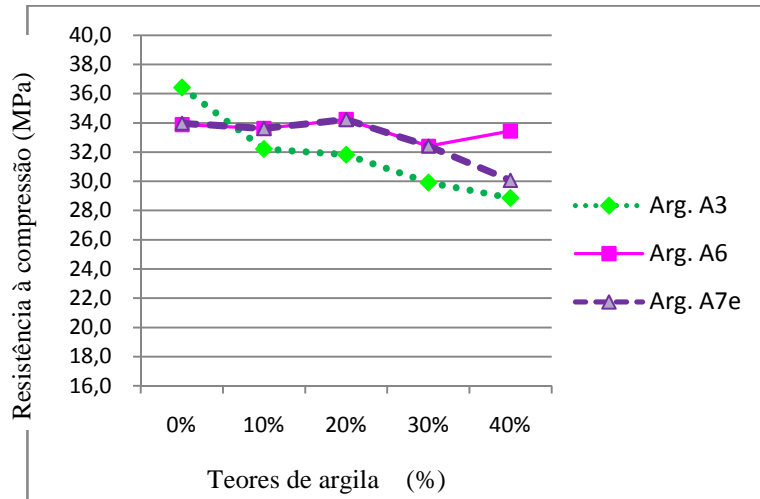


Figura 67 – Gráfico de AMM 28 DIAS – Fatores Teor x Origem da argila

- Finura e teor da argila – O fator finura foi bastante significativo na graduação “in natura” onde o aumento dos teores de argila implicou em perda considerável de desempenho. Ficou bastante evidente que o material em estado natural de finura não apresenta indícios de pozolanicidade, pois para cada 10% de substituição de cimento por pozolana apresentou em média 10% de perda de resistência (figura 68). A variabilidade dos ensaios de referência é analisada em 6.2.3.1

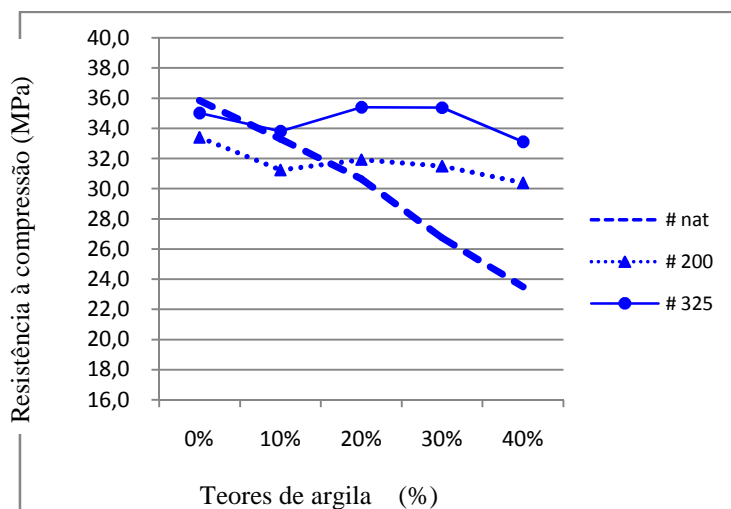


Figura 68 – Gráfico de AMM 28 DIAS – Fatores Teor x Finura da argila

### 6.2.3 Análise da variabilidade e dos fatores controlados

#### 6.2.3.1 Variabilidade dos ensaios de referência aos 28 dias.

Todas as misturas realizadas foram acompanhadas da mistura de referência que era constituída de 100% de cimento. Desta forma, cada ensaio realizado teve sempre o ensaio de referência como parâmetro comparativo. Esse procedimento também foi importante para avaliar a variabilidade total dos ensaios durante todo o estudo. Se a mistura foi sempre a mesma, com os mesmos materiais e as mesmas condições e procedimentos de ensaio, os resultados tenderiam a um valor centrado e um desvio padrão representativo da variabilidade dos procedimentos envolvidos.

Com os resultados aos 28 dias, (Anexos 16 a 18) foi obtida a média de resistência dos corpos-de-prova 25 x 50 mm igual a 34,8 MPa e um desvio padrão de 5,1 MPa, ou seja, um coeficiente de variação de 14,70%.

Usando-se o critério do ACI 214 como referência para controle de qualidade de concreto, o coeficiente de variação igual a 14,7%, é classificado como “RUIM”, pois está acima de 14%. Entende-se que para um estudo de laboratório, o resultado deve ser melhorado, ou seja, os procedimentos de moldagem dos corpos-de-prova devem ser aperfeiçoados para reduzir a variabilidade e garantir repetitividade.

#### 6.2.3.2 Efeito da Finura aos 28 dias de idade pelo Índice de atividade pozolânica – (NBR 5752/1992).

O efeito da finura aos 28 dias ficou bastante evidente conforme mostra as figuras 69 ; 70 e 71. Na primeira figura tem-se os índices de atividade pozolânica da argila sem moagem, “in natura” onde se observa uma perda significativa dos índices quando se aumenta os teores de substituição do cimento, na proporção de 10% de perda para cada 10% de adição. Esses resultados indicam que a atividade pozolânica das argilas sem moagem, não ocorre ou ocorre em pouquíssima intensidade imperceptível nos ensaios executados.

Nas argilas classificadas passando pela peneira de malha #200 (0,075 mm) a atividade pozolânica está evidenciada nas argilas A6 e A7e e com maior intensidade nas temperaturas de queima de 750°C e 850°C. Nessa s argilas, os teores entre 20% e 30% apresentaram índice de pozolanicidade entre 95% e 110%, o que pode

ser explicado supostamente pela sobreposição dos efeitos físico (aumento da compactidade) e químico (atividade pozolânica).

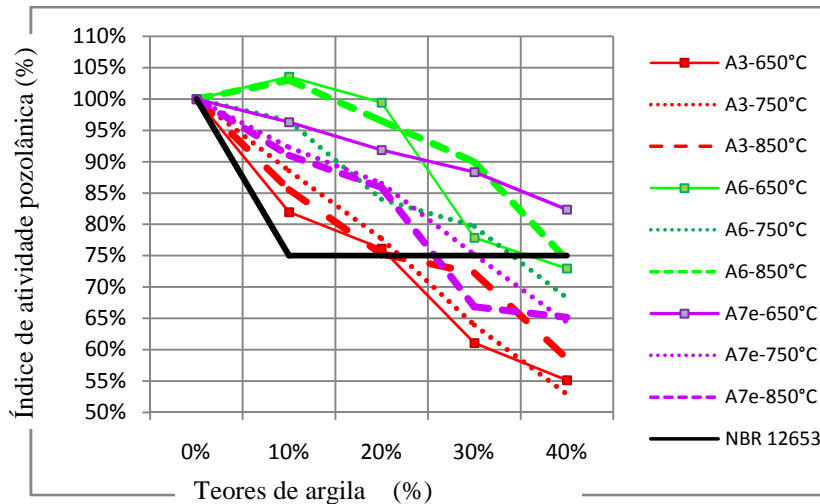


Figura 69 – Argilas com grau de finura “ In natura “ – 28 dias

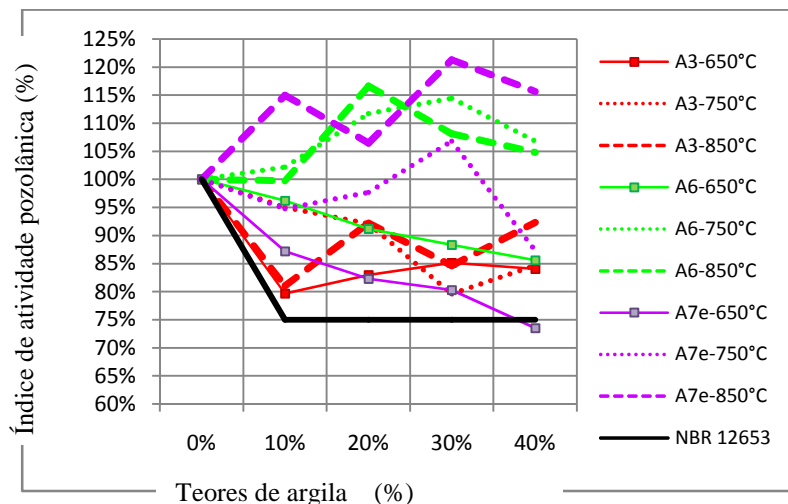


Figura 70 – Argilas passantes na # 200 (0,075 mm) – 28 dias

Na temperatura de queima de 650°C, todas argilas para a finura de #200 (0,075 mm) apresentam índice de atividade pozolânica baixos. Aparentemente essa temperatura de queima não produziu argilas com índice de pozolanicidade satisfatórios, ficando a perda de resistência aproximadamente equivalente ao aumento do teor de substituição do cimento.

A argila A3 apresentou uma perda de eficiência do índice em todas temperaturas de queima na idade de 28 dias (figura 70). Uma hipótese para esse

comportamento é a formação de outros compostos químicos como a mulita, que na forma cristalina não tem propriedades pozolânicas.

Os teores mais ativos foram entre 10% e 30% para essa faixa de granulometria, e o teor de 40% houve uma tendência de queda na eficiência da atividade pozolânica em comparação a 30% (figura 70).

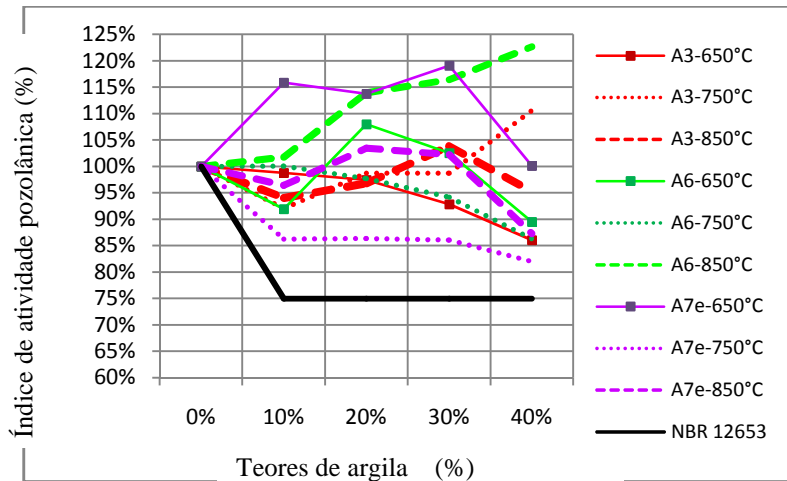


Figura 71 – Argilas passantes na # 325 (0,045 mm) – 28 dias

Para as argilas selecionadas passando pela peneira #325 (0,045 mm) (figura 82), ocorreram índices de atividade pozolânica muito expressivos para as temperaturas de queima entre 750°C e 850°C, mantend o-se acima de 90% nas argilas A3 e A6. Também nessa faixa granulométrica o efeito da temperatura de queima de 650°C se mostrou menos eficiente do que nas temperaturas superiores (ver figura 71).

### 6.2.3.3 Efeito da temperatura de calcinação das argilas no Índice de Atividade Pozolânica aos 28 dias de idade – (NBR 5752/1992).

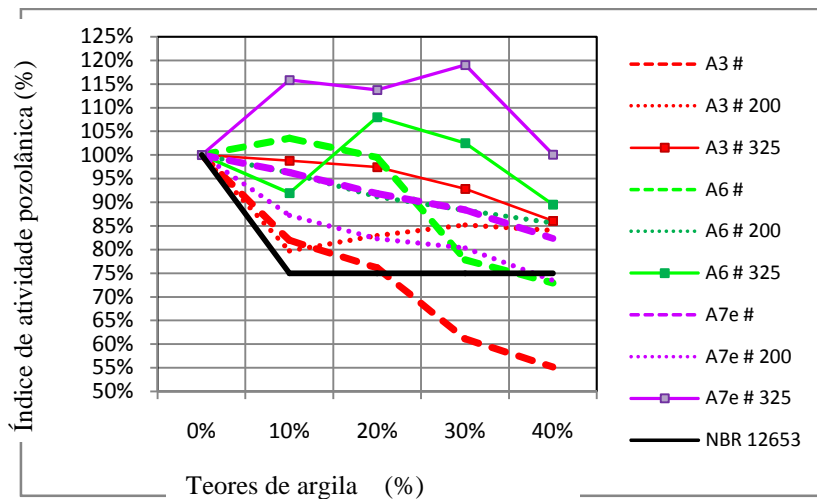


Figura 72 – Argilas Calcinadas a 650 °C – 28 dias

O efeito da temperatura de calcinação como já foi descrito na análise da finura, está mais evidente nas classes de finura de #200 e #325, com índice de atividade pozolânica acima de 80%. Nas argilas com classe de finura sem moagem “in natura” observa-se uma perda considerável em todas as temperaturas de queima (figuras 72,73 e 74).

Para as temperaturas de queima de 750°C e 850°C fi ca evidente o ganho de atividade pozolânica para as classes de finura de #200 e #325 (figuras 73 e 74).

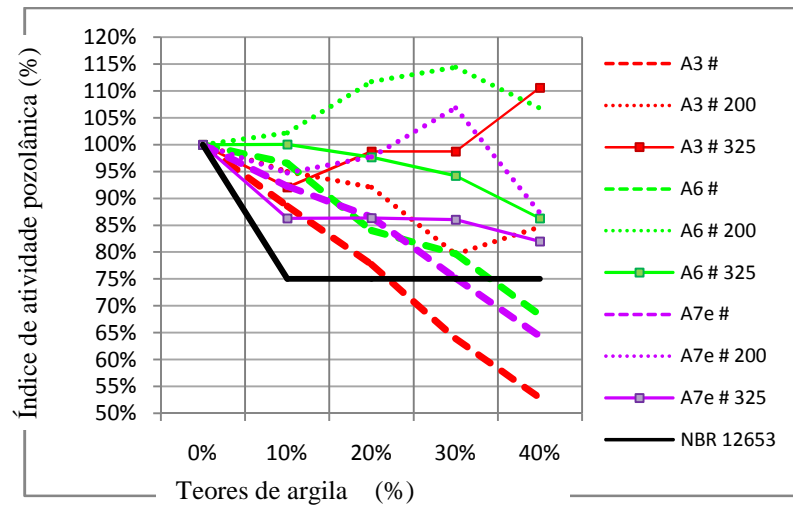


Figura 73 – Argilas Calcinadas a 750 °C – 28 dias

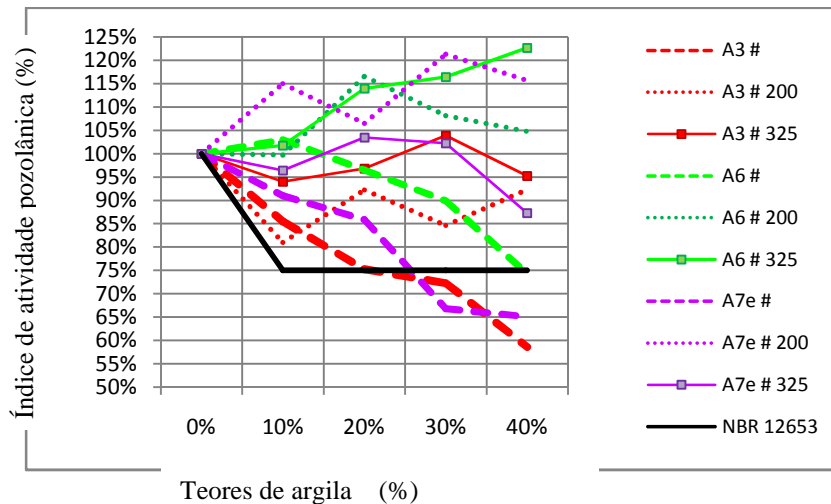


Figura 74 – Argilas Calcinadas a 850 °C – 28 dias



### 6.3 ANÁLISE DOS RESULTADOS AOS 63 DIAS – TABELA ANOVA.

A tabela 28 apresenta os resultados do cálculo das variâncias das resistências aos 28 dias (Anexos 19 a 21) e aponta se os efeitos dos fatores isolados ou suas combinações são ou não significativos. Se o F calc for menor que o F tab, a fonte de variação não é significativa.

TABELA 28 – Tabela ANOVA – Resultados de 63 dias

Fonte de Variação	TC	875.276	GDL	MQ	Fcalc	F tab	Signif
<b>Temperatura</b>	SQA	1.082	2	541	86	3,01	S
<b>Tipo Argila</b>	SQB	263	2	132	21	3,01	S
<b>Finura</b>	SQC	3.522	2	1.761	280	3,01	S
<b>Teor Argila</b>	SQD	5.658	4	1.414	225	2,39	S
Temp + Argila	SQAB	204	4	51	8	2,39	S
Temp + Finura	SQAC	1.570	4	392	62	2,39	S
Temp + Teor%	SQAD	484	8	60	10	1,96	S
Argila + Finura	SQBC	1.125	4	281	45	2,39	S
Argila + Teor%	SQBD	96	8	12	1,92	1,96	N
Finura + Teor%	SQCD	2.499	8	312	50	1,96	S
Temp+Tipo+Finura	SQABC	1.793	8	224	36	1,96	S
Temp+Finura+Teor	SQACD	588	16	37	5,85	1,66	S
Temp+Tipo+Teor	SQABD	222	16	14	2,21	1,66	S
Tipo+Finura+Teor	SQBCD	468	16	29	4,65	1,66	S
Verificação	SQABCD	680	32	21	3,38	1,47	S
3.395	SQR	3.395	540	6			
23.649	SQT	23.649	675	35			

#### 6.3.1 Efeito dos fatores isolados

- Temperatura – Na tabela 28 (ANOVA) o fator da temperatura de calcinação das argilas para a idade de 63 dias foi pouco significativo em relação aos fatores de finura e teor de argila.
- Tipo ou origem da argila – O efeito da origem das argilas foi o menos significativo em relação aos demais fatores.
- Finura – O fator da finura das argilas na idade de 63 dias foi o mais significativo entre os fatores pois o F calculado resultou mais afastado do F tabelado.
- Teor da argila na mistura – O fator do teor de substituição do cimento por argila calcinada para a idade de 63 dias foi bastante significativo, sendo menor apenas do que a temperatura de queima.

### 6.3.2 AMM – Análise múltipla das médias – 63 dias.

O LD (limite de decisão) resultante foi igual a 3,36 MPa

- Temperatura e Origem da argila – para a argila A6, o efeito exclusivo da temperatura foi importante para a pozolanicidade. Para as argilas A3 e A7e não apresentou ser significativo nas médias (figura 75)

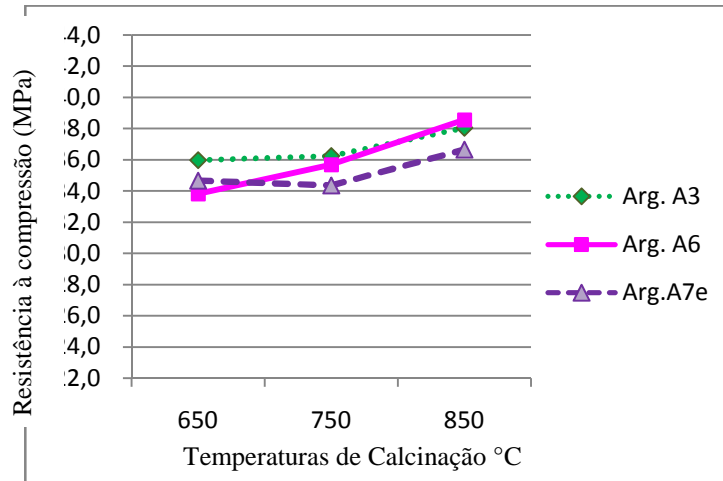


Figura 75 – Gráfico de AMM 63 DIAS – Fatores Temperatura x Origem da argila

- Temperatura e Finura – para os graus de finura “in natura’ e #200, não houve efeito significativo da temperatura na pozolanicidade. Porém para a finura de #325 , a temperatura teve influência significativa no efeito de médio da pozolanicidade das argilas (figura 76)

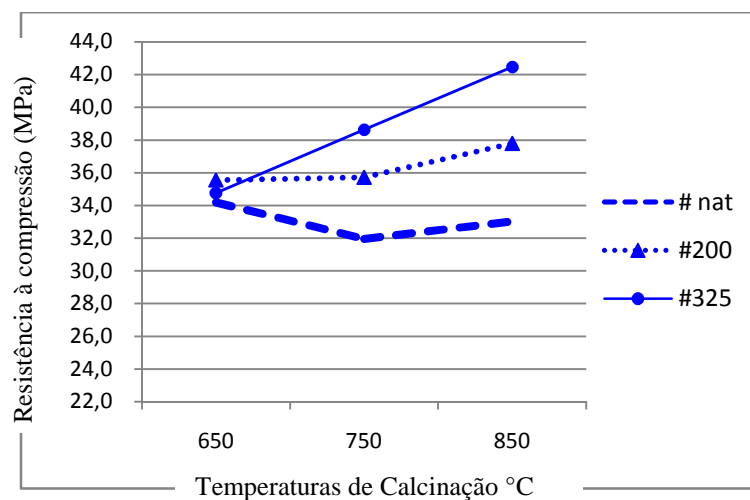


Figura 76 – Gráfico de AMM 63 DIAS – Fatores Temperatura x Finura

- Temperatura e Teor da argila – para todas as temperaturas, os teores de adição de argila de 10%, 20% e 30% tiveram efeito significativo em relação à referência de 0%, e a diferença entre as temperaturas foi significativa entre 650°C e 850°C . A adição de 40 % apresentou perda considerável de resistências em todas as temperaturas de calcinação (figura 77). A variabilidade do ensaio de referência com 0% de adição, será tratada no item 6.3.3.1.

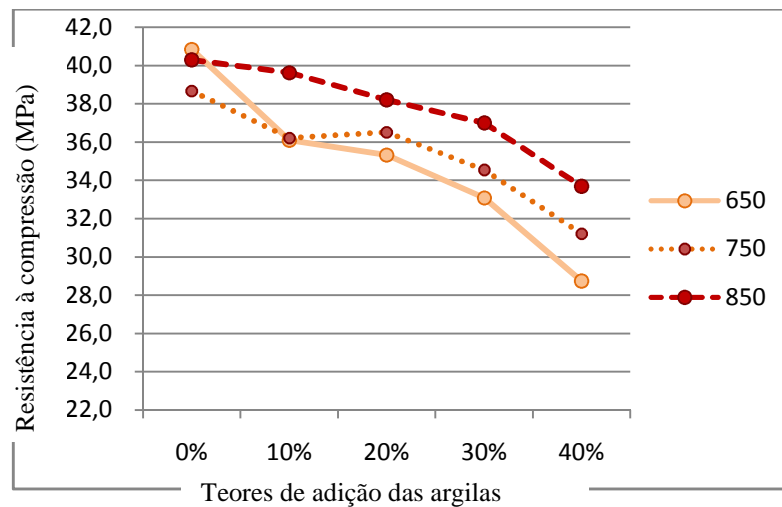


Figura 77 – Gráfico de AMM 63 DIAS – Fatores Teor x Temperatura

- Origem da argila e Finura – As argilas tiveram efeito significativo da finura #325 sobre a referência “in natura” (figura 78), porém não houve significância entre as duas finuras de #200 e a “in natura”. A argila A3 apresentou um pico acentuado em #200 sem explicação aparente.

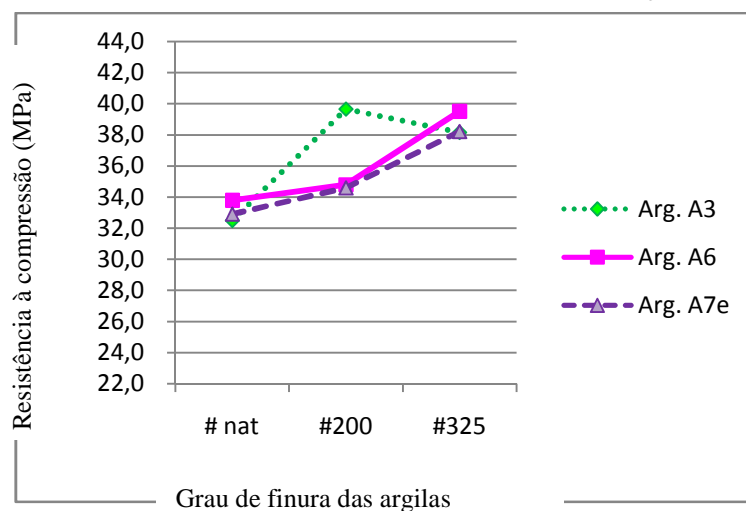


Figura 78 – Gráfico de AMM 63 DIAS – Fatores Finura x Origem da argila

- Origem da argila e o Teor – Todas as argilas tiveram desempenho similar nos teores entre 10% e 20%, tendo uma perda de eficiência nos teores de 30% e 40%, mais acentuada nas argilas A3 e A7e. No teor de 40% a argila A6 apresentou um desempenho médio superior (figura 79). As diferenças no ensaio de referência são tratadas no item 6.3.3.1

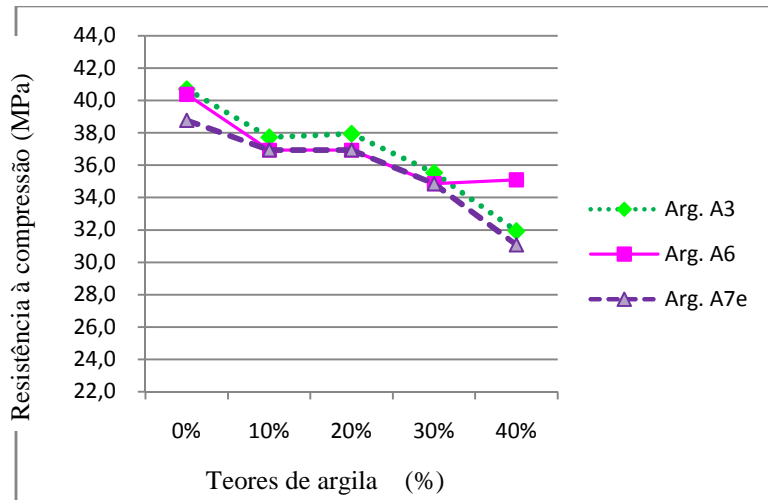


Figura 79 – Gráfico de AMM 63 DIAS – Fatores Teor x Origem da argila

- Finura e teor da argila – Na figura 80, o fator finura foi bastante significativo na graduação “in natura” onde o aumento dos teores de argila implicou em perda considerável de desempenho. Ficou bastante evidente que o material em estado natural de finura não apresenta indícios de pozolanicidade, pois para cada 10% de substituição de cimento por pozolana apresentou em média 10% de perda de resistência. As diferenças no ensaio com 0% são tratadas em 6.3.3.1.

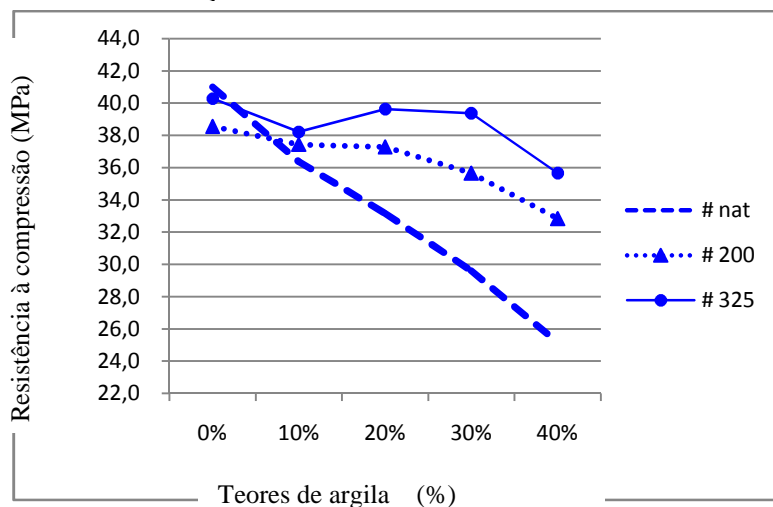


Figura 80 – Gráfico de AMM 63 DIAS – Fatores Teor x Finura

### 6.3.3 Análise da variabilidade e dos fatores controlados

#### 6.3.3.1 Variabilidade dos ensaios de referência aos 63 dias.

Todas as misturas realizadas foram acompanhadas da mistura de referência que era constituída de 100% de cimento. Desta forma, cada ensaio realizado teve sempre o ensaio de referência como parâmetro comparativo. Esse procedimento também foi importante para avaliar a variabilidade total dos ensaios durante todo o estudo. Se a mistura foi sempre a mesma, com os mesmos materiais e as mesmas condições e procedimentos de ensaio os resultados tenderiam a um valor centrado e um desvio padrão representativo da variabilidade dos procedimentos envolvidos.

Com os resultados aos 63 dias (Anexos 19 a 21) foi obtida a média de resistência dos corpos-de-prova 25 x 50 mm igual a 39,9 MPa e um desvio padrão de 4,2 MPa, ou seja um coeficiente de variação de 10,50%.

Usando-se o critério do ACI-214 como referência para controle de qualidade de concreto, o coeficiente de variação igual a 10,5%, é classificado como “BOM”, pois está entre 9% e 11%. Entende-se que para um estudo de laboratório, o resultado não está ruim mas poderia melhorar, ou seja, os procedimentos de moldagem dos corpos-de-prova poderiam ser aperfeiçoados.

#### 6.3.3.2 Efeito da Finura aos 63 dias de idade pelo Índice de atividade pozolânica – (NBR 5752/1992).

O efeito da finura aos 63 dias ficou bastante evidente conforme mostra as figuras 81 ; 82 e 83. Na primeira figura se tem os índices de atividade pozolânica da argila sem moagem, “in natura” onde se observa uma perda significativa dos índices quando se aumenta os teores de substituição do cimento, na proporção de 10% de perda para cada 10% de adição. Esses resultados indicam que a atividade pozolânica das argilas sem moagem, não ocorre ou ocorre em pouquíssima intensidade imperceptível nos ensaios executados.

Nas argilas classificadas passando pela peneira de malha #200 (0,075 mm) (Figura 93) a atividade pozolânica está evidenciada principalmente nas argilas A6 e A7e e com maior intensidade nas temperaturas de queima de 750°C e 850°C. Nessas argilas, o teor de 20% apresentou índice de pozolanicidade entre 90% e

110%, o que pode ser explicado supostamente pela sobreposição do efeito físico (aumento da compactidade) e químico (atividade pozolânica).

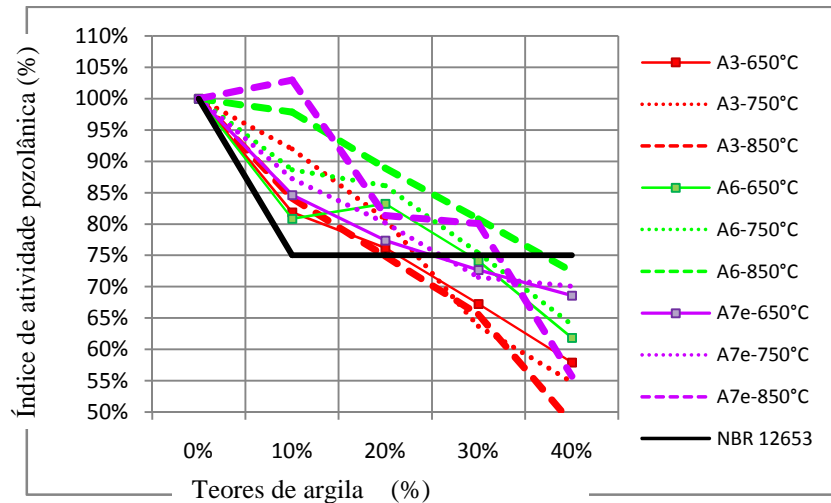


Figura 81 – Argilas com grau de finura “ In natura “ – 63 dias

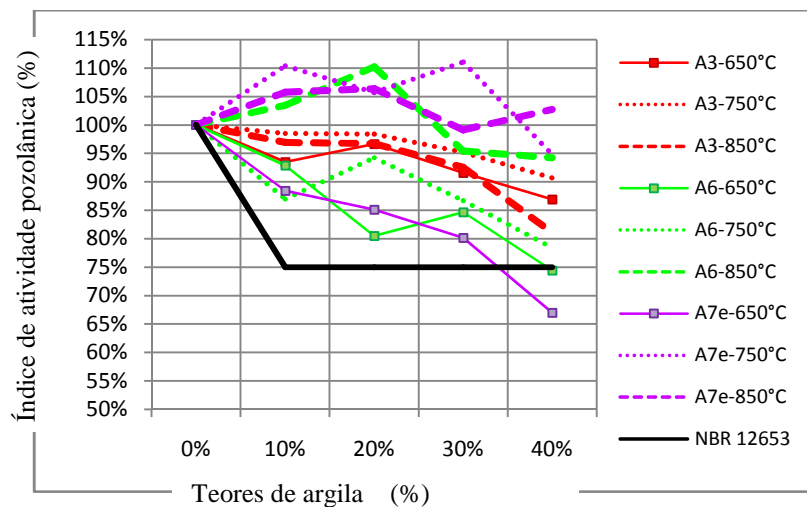


Figura 82 – Argilas passantes na # 200 (0,075 mm) – 63 dias

A temperatura de queima de 650°C nas argilas A6 e A7e para a finura de #200 (0,075 mm) também apresentam índice de atividade pozolânica baixos (Figura 93). Aparentemente essa temperatura de queima não produziu argilas com índice de pozolanicidade satisfatórios, ficando a perda de resistência aproximadamente equivalente ao aumento do teor de substituição do cimento (Figura 82).

A argila A3 apresentou uma perda de eficiência do índice para a temperatura de queima de 850°C em comparação a 650°C e 750°C. U ma hipótese para esse

comportamento é a formação de outros compostos químicos como a mulita, que na forma cristalina não tem propriedades pozolânicas (Figura 82).

Os teores mais ativos foram entre 10% e 30% para essa faixa de granulometria (Figura 82), porém o teor de 40% apresentou perdas de atividade pozolânica.

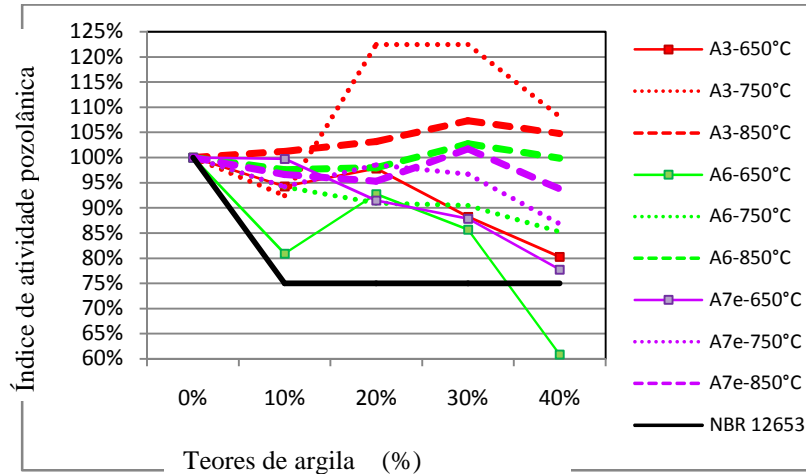


Figura 83 – Argilas passantes na # 325 (0,045 mm) – 63 dias

Para as argilas selecionadas passando pela peneira #325 (0,045 mm) (Figura 83) ocorreram índices de atividade pozolânica muito expressivos para as temperaturas de queima entre 750°C e 850°C, mantend o-se acima de 90% nas argilas A3 e A6.

Também nessa faixa granulométrica o efeito da temperatura de queima de 650°C se mostrou menos eficiente do que nas temperaturas superiores (Figura 83).

6.3.3.3 Efeito da temperatura de calcinação das argilas no Índice de atividade pozolânica aos 63 dias de idade – (NBR 5752/1992).

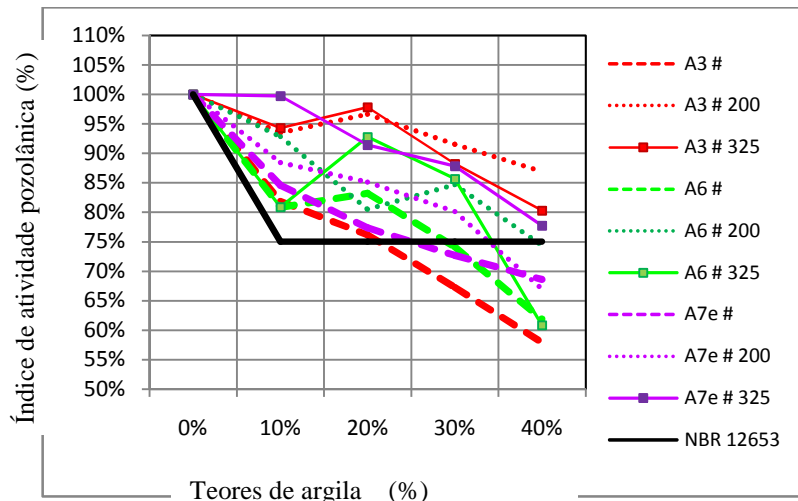


Figura 84 – Argilas Calcinadas a 650 °C – 63 dias

O efeito da temperatura de calcinação está mais evidente nas classes de finura de #200 e #325, com índice de atividade pozolânica acima de 80%(Figura 84).

Nas argilas com classe de finura sem moagem “in natura” observa-se uma perda considerável em todas as temperaturas de queima (Figuras 84, 85 e 86).

Para as temperaturas de queima de 750°C e 850°C fi ca evidente o ganho de atividade pozolânica para as classes de finura de #200 e #325 (Figuras 85 e 86).

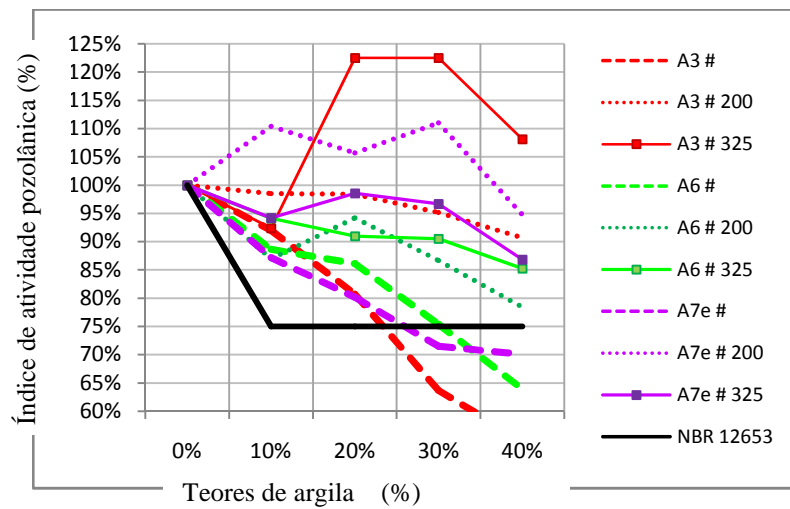


Figura 85 – Argilas Calcinadas a 750 °C – 63 dias

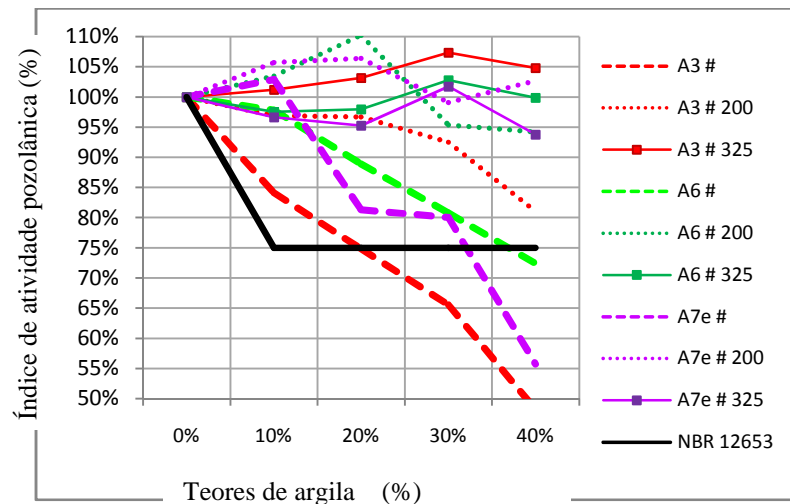


Figura 86 – Argilas Calcinadas a 850 °C – 63 dias



#### 6.4 ANÁLISE DOS RESULTADOS AOS 91 DIAS – TABELA ANOVA.

A tabela 29 apresenta os resultados do cálculo das variâncias das resistências aos 91 dias (Anexos 22 a 24) e aponta se os efeitos dos fatores isolados ou suas combinações são ou não significativos. Se o F calc for menor que o F tab, a fonte de variação não é significativa.

TABELA 29 – Tabela ANOVA – Resultados de 91 dias

Fonte de Variação	TC	989.401	GDL	MQ	Fcalc	F tab	Signif
<b>Temperatura</b>	SQA	183	2	91	12,60	3,01	S
<b>Tipo Argila</b>	SQB	117	2	59	8,07	3,01	S
<b>Finura</b>	SQC	2.743	2	1.372	189,05	3,01	S
<b>Teor Argila</b>	SQD	9.292	4	2.323	320,21	2,39	S
Temp + Argila	SQAB	203	4	51	7,00	2,39	S
Temp + Finura	SQAC	664	4	166	22,88	2,39	S
Temp + Teor%	SQAD	564	8	71	9,72	1,96	S
Argila + Finura	SQBC	499	4	125	17,18	2,39	S
Argila + Teor%	SQBD	156	8	20	2,69	1,96	S
Finura + Teor%	SQCD	2.269	8	284	39,09	1,96	S
Temp+Tipo+Finura	SQABC	1.905	8	238	32,83	1,96	S
Temp+Finura+Teor	SQACD	841	16	53	7,24	1,66	S
Temp+Tipo+Teor	SQABD	298	16	19	2,57	1,66	S
Tipo+Finura+Teor	SQBCD	432	16	27	3,72	1,66	S
Verificação	SQABCD	974	32	30	4,19	1,47	S
3.918	SQR	3.918	540	7			
25.057	SQT	25.057	675	37			

##### 6.4.1 Efeito dos fatores isolados

- Temperatura – Na tabela 29 ANOVA o fator da temperatura de calcinação das argilas para a idade de 63 dias foi pouco significativo em relação aos fatores de finura e teor de argila.
- Tipo ou origem da argila – O efeito da origem das argilas foi o menos significativo em relação aos demais fatores.
- Finura – O fator finura das argilas na idade de 91 dias foi bastante significativo, ficando abaixo somente do teor de argila. Somente nesta idade de 91 dias o fator da finura ficou menos significativo do que o teor de argila, nas idades inferiores esse efeito foi preponderante.

- Teor da argila na mistura – O fator do teor de substituição do cimento por argila calcinada para a idade de 91 dias foi o mais significativo entre os fatores.

#### 6.4.2 AMM – Análise múltipla das médias – 91 dias.

O LD (limite de decisão) resultante foi igual a 3,61 MPa.

- Temperatura e Origem da argila – para uma mesma argila, o efeito exclusivo da temperatura não foi preponderante no efeito final de pozolanicidade (Figura 87).

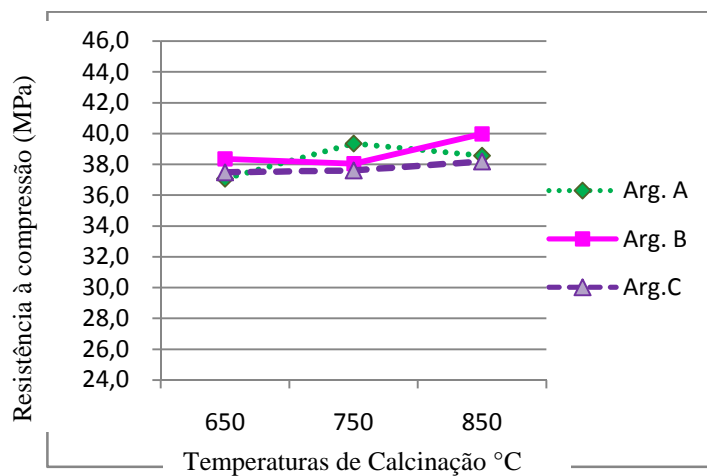


Figura 87 – Gráfico de AMM 91 DIAS – Fatores Temperatura x Origem da argila

- Temperatura e Finura – para os graus de finura “in natura’ e #200, não houve efeito significativo da temperatura na pozolanicidade. Porém para a finura de #325 , a temperatura teve influência significativa no efeito de pozolanicidade das argilas (Figura 88)

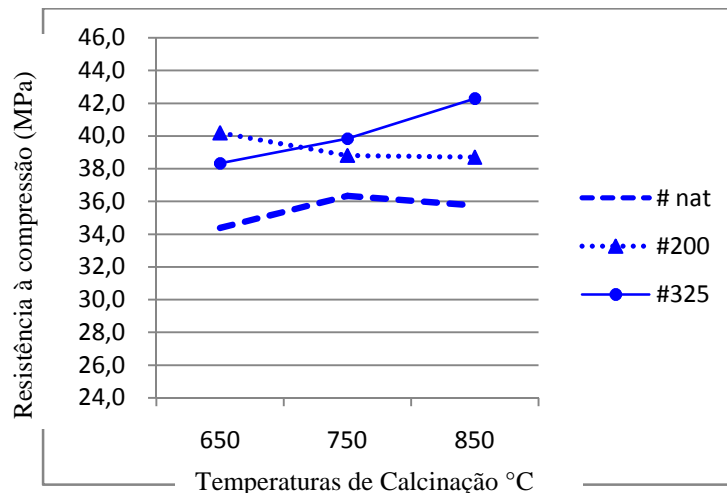


Figura 88 – Gráfico de AMM 91 DIAS – Fatores Temperatura x Finura da argila

- Temperatura e Teor da argila – para todas as temperaturas, os teores de adição de argila de 10%, 20% e 30% tiveram efeito significativo em relação à referência de 0%, porém a diferença entre eles não foi significativa para as médias gerais de todas as argilas. A adição de 40% apresentou perda considerável de resistências em todas as temperaturas de calcinação (Figura 89).

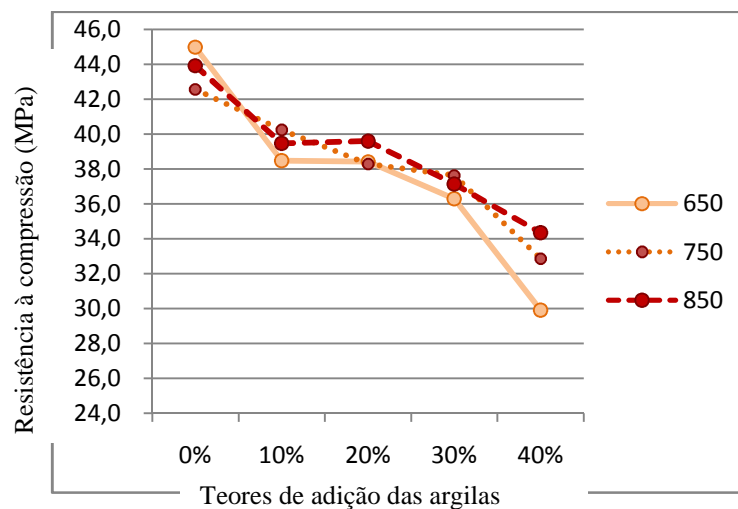


Figura 89 – Gráfico de AMM 91 DIAS – Fatores Teor x Temperatura da argila

- Origem da argila e Finura – as argilas A e C tiveram efeito significativo da finuras #200 e #325 sobre a referência “in natura”, porém não houve significância entre as duas finuras de #200 e #325. A argila B não apresentou diferenças significativas entre as finuras nas médias gerais (Figura 90).

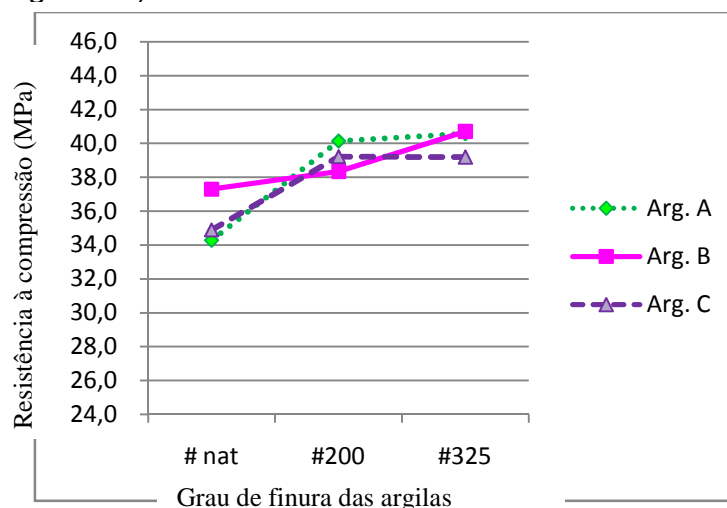


Figura 90 – Gráfico de AMM 91 DIAS – Fatores Finura x Origem da argila

- Origem da argila e o Teor – Todas as argilas tiveram desempenho similares nos teores entre 10% e 30%, tendo uma perda de eficiência no teor de 40% mais acentuada nas argilas A e C (Figura 91).

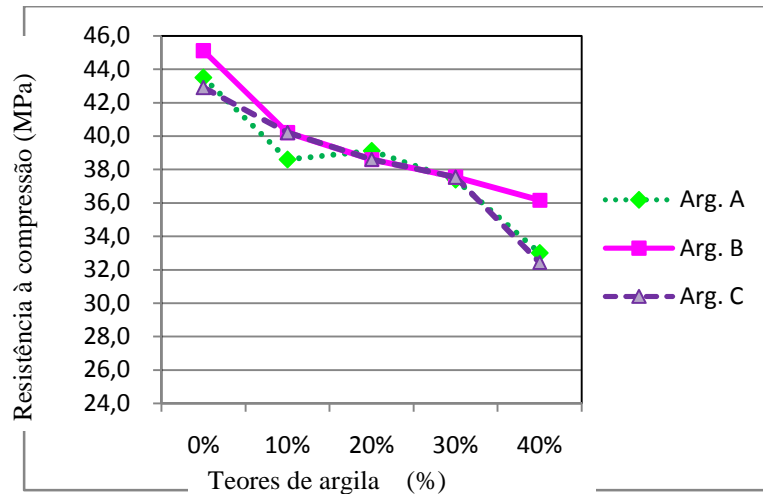


Figura 91 – Gráfico de AMM 91 DIAS – Fatores Teor x Origem da argila

- Finura e teor da argila – O fator finura foi bastante significativo na graduação “in natura” onde o aumento dos teores de argila implicou em perda considerável de desempenho. Ficou bastante evidente que o material em estado natural de finura não apresenta indícios de pozolanicidade, pois para cada 10% de substituição de cimento por pozolana apresentou em média 10% de perda de resistência (Figura 92).

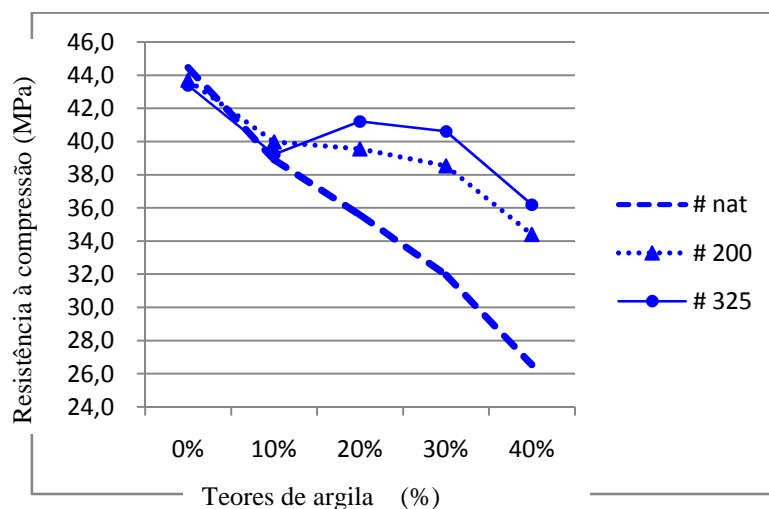


Figura 92 – Gráfico de AMM 91 DIAS – Fatores Teor x Finura da argila

### 6.4.3 Análise da variabilidade e dos fatores controlados

#### 6.4.3.1 Variabilidade dos ensaios de referência aos 91 dias.

Todas as misturas realizadas foram acompanhadas da mistura de referência que era constituída de 100% de cimento. Desta forma, cada ensaio realizado teve sempre o ensaio de referência como parâmetro comparativo. Esse procedimento também foi importante para avaliar a variabilidade total dos ensaios durante todo o estudo. Se a mistura foi sempre a mesma, com os mesmos materiais e as mesmas condições e procedimentos de ensaio os resultados tenderiam a um valor centrado e um desvio padrão representativo da variabilidade dos procedimentos envolvidos.

Com os resultados aos 91 dias (Anexos 21 a 24) foi obtida a média de resistência dos corpos-de-prova 25 x 50 mm igual a 43,84 MPa e um desvio padrão de 3,94 MPa, ou seja um coeficiente de variação de 9,00%.

Usando-se o critério do ACI-214 como referência para controle de qualidade de concreto, o coeficiente de variação igual a 9%, é classificado como “BOM”, pois está entre 9% e 11%. Entende-se que para um estudo de laboratório, o resultado não está ruim mas poderia melhorar, ou seja, os procedimentos de moldagem dos corpos-de-prova poderiam ser aperfeiçoados.

Um dos aspectos identificados foi o uso da fração de areia com dimensão de 1,2 mm. Esta fração nos corpos-de-prova 25 x 50 mm provocaram em determinadas moldagens, pequenos vazios nas faces laterais, o que provavelmente contribui para resultados dispersos. A sugestão para futuros estudos seria a substituição dessa fração pelas demais frações de 0,15mm; 0,30 mm e 0,60 mm, fazendo o uso de 1/3 de cada uma.

#### 6.4.3.2 Efeito da Finura aos 91 dias de idade no Índice de atividade pozolânica – (NBR 5752/1992).

O efeito da finura aos 91 dias ficou bastante evidente conforme mostra as três figuras 93; 94 e 95. Na figura 93 se tem os índices de Atividade Pozolânica da argila sem moagem, “in natura” onde se observa uma perda significativa dos índices quando se aumenta os teores de substituição do cimento, na proporção de 10% de perda para cada 10% de adição. Esses resultados indicam sem sombra de dúvida

que a atividade pozolânica das argilas sem moagem, não ocorre ou ocorre em pouquíssima intensidade imperceptível nos ensaios executados.

Nas argilas classificadas passando pela peneira de malha #200 (0,075 mm) (Figura 105) a atividade pozolânica está evidenciada principalmente nas argilas A6 e A7e e com maior intensidade nas temperaturas de queima de 750°C e 850°C.

Nessas argilas, o teor de 20% apresentou índice de pozolanicidade entre 95% e 106%, o que pode ser explicado pela sobreposição dos efeitos físico (aumento da compactidade) e químico (atividade pozolânica), (Figura 94).

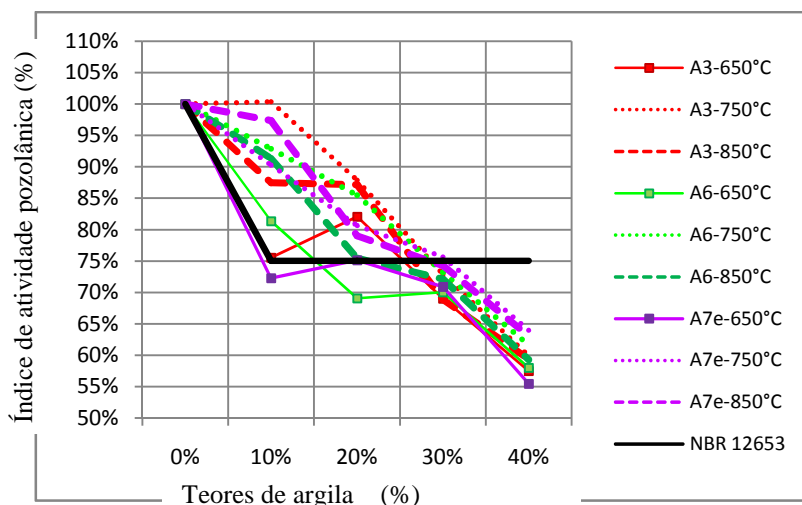


Figura 93 – Argilas com grau de finura “ In natura “ – 91 dias

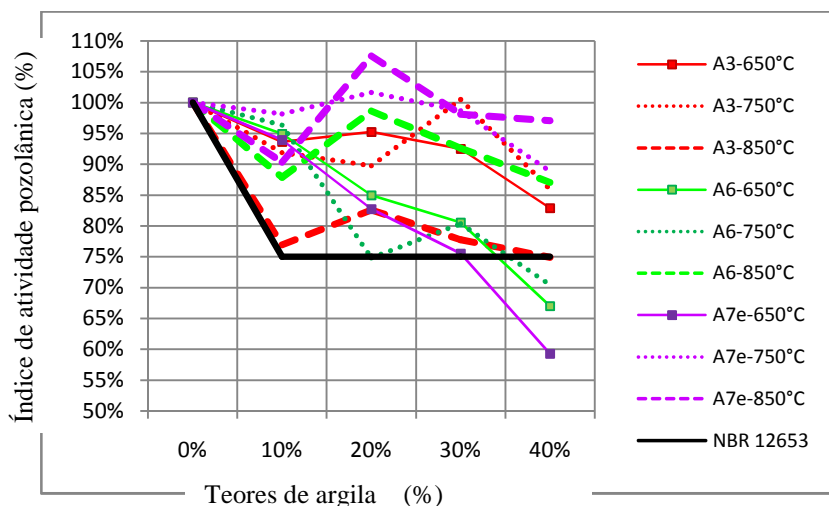


Figura 94 – Argilas passantes na # 200 (0,075 mm) – 91 dias

A temperatura de queima de 650°C nas argilas A6 e A7e para a finura de #200 (0,075 mm) também apresentam índice de atividade pozolânica baixos (Figura

94). Aparentemente essa temperatura de queima não produziu argilas com índice de pozolanicidade satisfatórios, ficando a perda de resistência equivalente ao aumento do teor de substituição do cimento.

A argila A3 apresentou uma perda de eficiência do índice para a temperatura de queima de 850°C em comparação a 650°C e 750°C (Figura 105). Uma hipótese para esse comportamento é a formação de outros compostos químicos como a mulita, que na forma cristalina não tem propriedades pozolânicas.

Os teores mais ativos foram entre 10% e 30% para essa faixa de granulometria (Figura 94), porém o teor de 40% apresentou consideráveis perdas de atividade pozolânica.

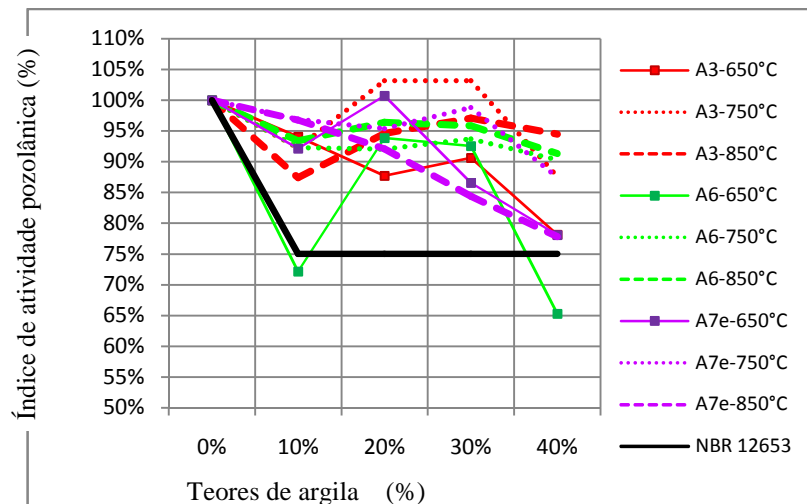


Figura 95 – Argilas passantes na # 325 (0,045 mm) – 91 dias

Para as argilas selecionadas passando pela peneira #325 (0,045 mm) (Figura 95) ocorreram índices de atividade pozolânica muito expressivos para as temperaturas de queima entre 750°C e 850°C, mantendo-se acima de 90% nas argilas A3 e A6.

Também nessa faixa granulométrica o efeito da temperatura de queima de 650°C se mostrou menos eficiente do que nas temperaturas superiores porém menos impactante do que na faixa granulométrica de #200 (0,075 mm) (Figura 95).

Observa-se também que nos ensaios de área específica (Tabela 23), que o blaine aumenta com o aumento da temperatura de queima em todas as argilas nessa classe de finura:

- A argila A3 resultou em blaines de (10.100; 11.230 e 13.680 cm<sup>2</sup>/g) para as temperaturas de (650°C; 750°C e 850°C) respectivamente.

- A argila A6 resultou em blaines de (8.710; 10.570 e 12.308 cm<sup>2</sup>/g) para as temperaturas de (650°C; 750°C e 850°C) respectivamente.
- A argila A7e resultou em blaines de (9.760; 10.110 e 10.840 cm<sup>2</sup>/g) para as temperaturas de (650°C; 750°C e 850°C) respectivamente.

Nota-se que as áreas específicas são bastante superiores às do cimento utilizado (3.287 cm<sup>2</sup>/g), portanto a grande finura dessas argilas, oferece o benefício da sua finura associado à atividade pozolânica. Sabe-se que partículas mais finas contribuem para a reatividade com o hidróxido de cálcio livre. Essa característica está evidenciada neste estudo.

#### 6.4.3.3 Efeito da temperatura de calcinação das argilas no Índice de atividade pozolânica aos 91 dias de idade – (NBR 5752/1992).

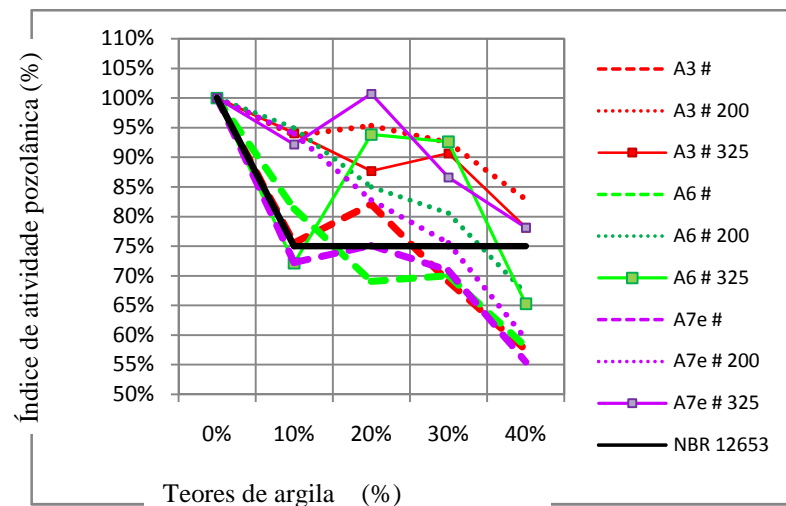


Figura 96 – Argilas Calcinadas a 650 °C – 91 dias

O efeito da temperatura de calcinação como já foi descrito na análise da finura, está mais evidente nas classes de finura de #200 e #325, com índice de atividade pozolânica acima de 90% (Figura 96). Nas argilas com classe de finura sem moagem “in natura” observa-se uma perda considerável em todas as temperaturas de queima (Figura 96).

Para as temperaturas de queima de 750°C e 850°C fica evidente o ganho de atividade pozolânica para as classes de finura de #200 e #325 (Figuras 97 e 98).



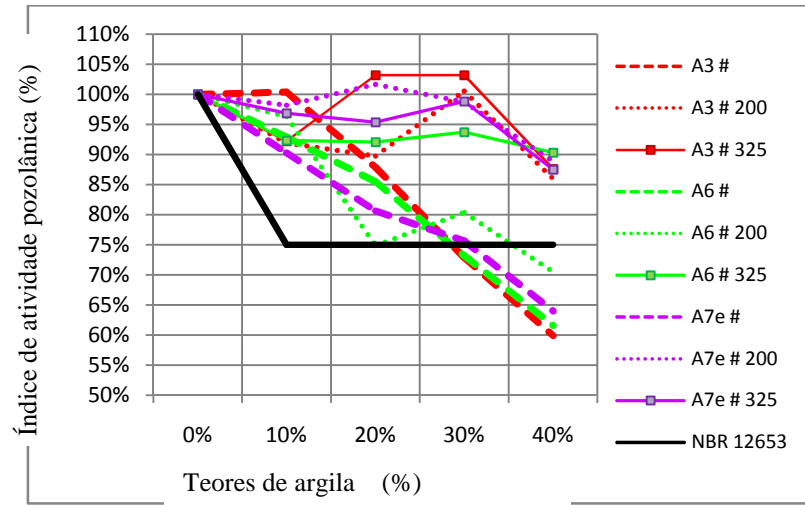


Figura 97 – Argilas Calcinadas a 750 °C – 91 dias.

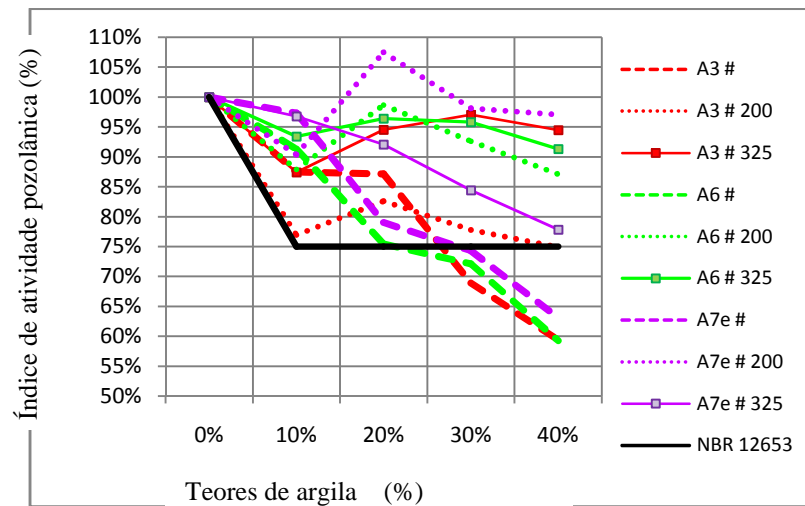


Figura 98 – Argilas Calcinadas a 850 °C – 91 dias

## 6.5 ANÁLISE DAS EVOLUÇÕES MÉDIAS DAS RESISTÊNCIAS SEM ADIÇÃO.

O crescimento das resistências médias das misturas de referência com 100% de cimento CP II F 32 (Figura 99) apresentaram valores compatíveis com a idade de rompimento. Cabe a observação que os corpos-de-prova 25x50 mm foram submetidos à cura térmica de 38°C± 2°C até a idade de 28 dias.

Ocorreu um crescimento de 14,7% aos 63 dias em relação aos 28 dias e de 25,98% aos 91 dias.

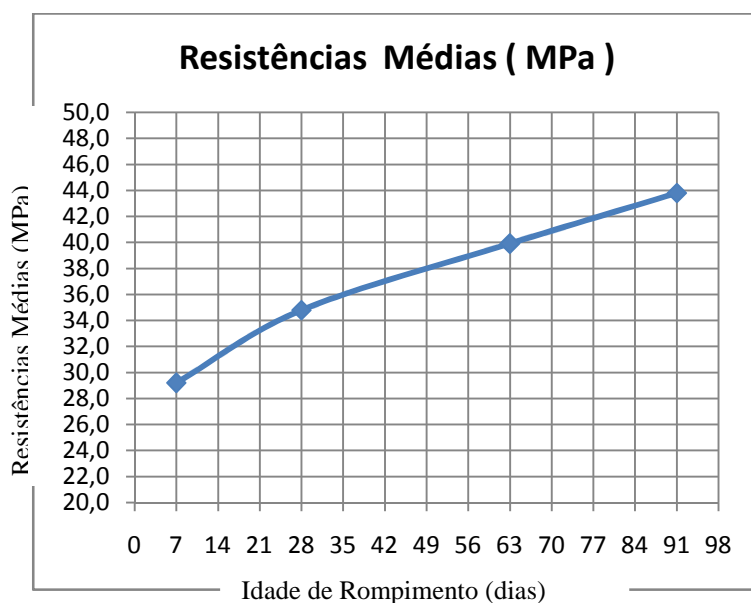


Figura 99 – Evolução das resistências das misturas sem adição.

## 6.6 ANÁLISE DAS EVOLUÇÕES MÉDIAS DAS RESISTÊNCIAS COM ADIÇÃO.

Para avaliar as evoluções das resistências nas idades ensaiadas nas misturas com adição das argilas, foram calculadas as médias gerais para cada grau de finura conforme mostra a Figura 100. Nela se observa que as finuras #200 e #325 obtiveram melhores desempenhos de resistência assim como evolução maior nas idades de 63 e 91 dias em comparação com a argila “in natura”.

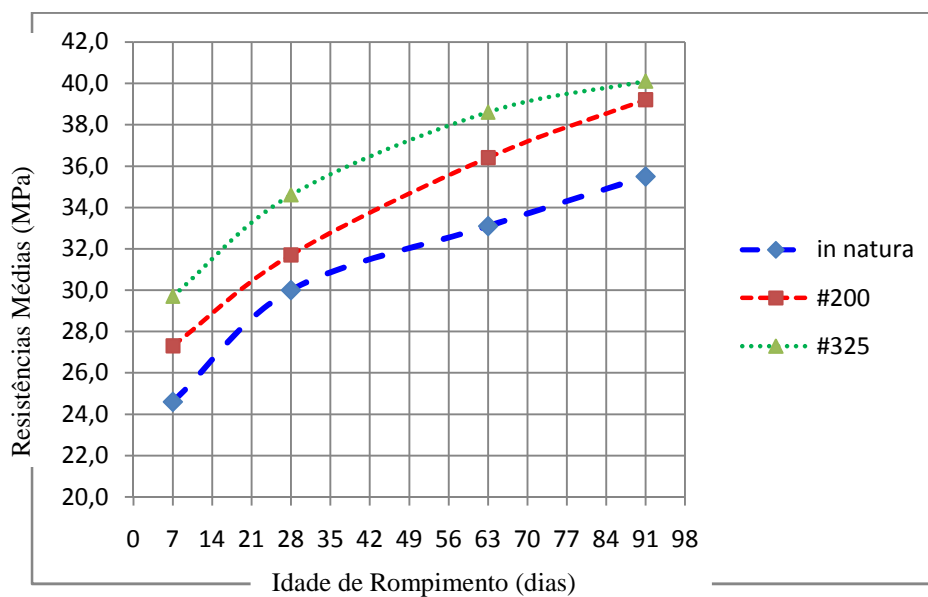


Figura 100 – Evolução das resistências das misturas com adição para os graus diferentes de finura.

Para as diferentes temperaturas de calcinação também se observa as resistências maiores com 850°C em comparação com 650°C, assim como um efeito menor de evolução após 28 dias para a temperatura de 650°C (Figura 101).

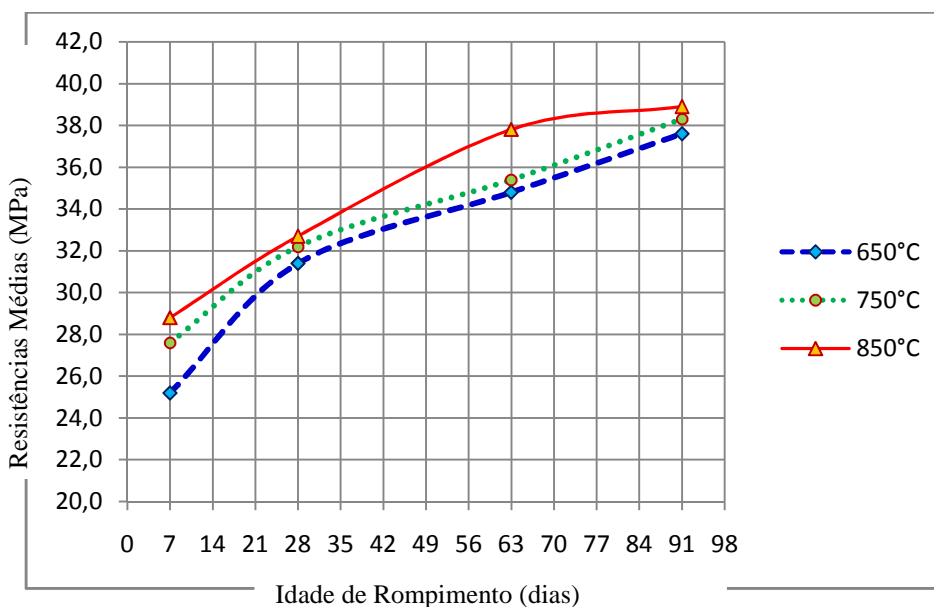


Figura 101 – Evolução das resistências das misturas com adição para os graus diferentes de queima.

## 8. CONCLUSÕES

### 8.1 MÉTODO PROPOSTO PARA ENSAIO EM CORPOS-DE-PROVA REDUZIDOS COM DIMENSÕES DE 25 X 50 MM

O método proposto para ensaio do índice de atividade pozolânica com cimento Portland utilizando como referência a NBR 5752/1992 em corpos-de-prova de dimensão reduzida para 25 mm de diâmetro e 50 mm de altura mostrou-se possível e viável. Essa conclusão está embasada nos resultados apresentados nos testes comparativos entre os corpos-de-prova 5 x 10 cm e os de 25 x 50 mm com a argamassa padrão com 100% de cimento e traço 1:3:0,48 (cimento:areia:água).

Houve um crescimento maior das resistências após 28 dias nos cps reduzidos, sendo alcançados incrementos de 13,6% aos 63 dias e de 26% aos 91 dias. Constatou-se o incremento das resistências com a hidratação e atividade pozolânica após 28 dias nos cp(s) reduzidos. Na idade de 7 dias esse efeito foi contrário, ou seja, as resistências obtidas nos cp(s) reduzidos foi menor do que a referência 5x10 cm.

A redução do tamanho dos corpos-de-prova foi fundamental para o estudo de uma quantidade grande de combinação de fatores, pois possibilita a execução dos ensaios de compressão utilizando 1/8 da quantidade de material que seria necessária se fossem feitos com o tamanho normal de 5x10 cm. A não redução da quantidade de amostra controlada pode representar um fator restritivo em pesquisas.

A obtenção destas amostras é feita em geral, em equipamentos de laboratório de pequeno porte que não possuem a finalidade de geração de amostras para ensaios específicos como foi necessário nesse estudo.

Quanto à variabilidade dos ensaios, aos 7 dias foi obtido um desvio padrão de 3,6 MPa, e um coeficiente de variação de 12,20%. Aos 28 dias foi obtido um desvio padrão de 5,1 MPa, e um coeficiente de variação de 14,70%. Aos 63 dias foi obtido um desvio padrão de 4,2 MPa, e um coeficiente de variação de 10,50%. E aos 91 dias foi obtido um desvio padrão de 3,94 MPa, e um coeficiente de variação de 9,00%.

Usando-se o critério do ACI 214 como referência para controle de qualidade de concreto, os coeficientes de variação igual a 12,2% aos 7 dias, 14,7% aos 28

dias, 10,5% aos 63 dias e 9% aos 91 dias, são classificados como: “RAZOÁVEL”, “RUIM”, “BOM” e “BOM”, respectivamente.

Entende-se que para um estudo de laboratório, no geral, os resultados não estão ruins, mas deveriam melhorar, ou seja, os procedimentos de moldagem dos corpos-de-prova devem ser aperfeiçoados.

Um dos aspectos identificados foi o uso da fração de areia com dimensão de 1,2 mm. Esta fração nos corpos-de-prova 25 x 50 mm provocaram em determinadas moldagens, pequenos vazios nas faces laterais, o que provavelmente contribuiu para resultados dispersos.

## 8.2 ATIVIDADE POZOLÂNICA DAS ARGILAS ANALISADAS.

As três argilas investigadas apresentaram, em algum momento, índice de atividade pozolânica, de acordo com a combinação dos fatores controláveis de teor de adição, temperatura de calcinação e grau de finura.

Todas as argilas em estado natural de finura, em todas as idades de ensaio, apresentaram pouco ou nenhum índice de atividade pozolânica. Ou seja, para a ativação pozolânica é necessária a moagem ou classificação em grau de finura adequado.

Na média, os teores que apresentaram maiores índices de atividade pozolânica foram entre 20% e 30%, tendo uma tendência de queda com a dosagem de 40%.

Para o grau de finura de #325 (0,045 mm), o efeito da temperatura de calcinação não apresentou alterações significativas nos índices de pozolanicidade sendo observado um pequeno aumento com as temperaturas maiores. Esta conclusão está confirmada na análise de variância ANOVA que aponta para pouco significativo o efeito da temperatura. Essa conclusão é fundamental para conduzir estudos da viabilidade econômica em instalações industriais onde o consumo de energia seria balanceado para se obter melhores resultados priorizando o grau de finura sobre a temperatura de queima ou vice-versa, conforme o custo de cada processo.

Para a temperatura de queima de 850°C o grau de finura é fator fundamental nos resultados de pozolanicidade. Esse efeito tem menor intensidade nas temperaturas de queima de 750°C e 650 °C.

Os melhores resultados de desempenho no índice de atividade pozolânica foram obtidos com as argilas A6 e A7e na combinação de graduação granulométrica de #200 (0,075 mm) e com a temperatura de calcinação de 850°C, ultrapassando índice de pozolanicidade de 100% nos teores de adição entre 20% e 30%.

O maior teor de caulinita na argila A6 (51,64% no ensaio TGA), não proporcionou diferença significativa em relação à argila A7e (teor de caulinita de 31,08% no ensaio TGA).

A argila A3 classificada como um filito, apresentou menor desempenho que a argila A7e (argila caulínica) para um teor similar de caulinita no ensaio TGA.

A argila A3 apresentou após calcinação, coloração avermelhada, proporcionando essa tendência na coloração final do cimento. Esse efeito foi confirmado na coloração dos corpos-de-prova elaborados nesta pesquisa.

As argilas A6 e A7-e, apresentaram coloração menos intensa, tendendo para o tom creme, provavelmente pelo baixo teor de óxido de ferro em sua constituição e não alteraram a coloração dos corpos-de-prova de maneira significativa.

A argila A1 poderia ser uma alternativa para minimizar o efeito da coloração avermelhada, pois apresenta cerca da metade de óxido de ferro (4,18%) em relação a (8,07%) da A3, e um teor de caulinita igual a 28,98%, próximo da A3 com 31,85%.

### 8.3 SUGESTÕES PARA ESTUDOS POSTERIORES.

Para o uso de corpos-de-prova de tamanho reduzido, sugere-se a substituição da fração grossa da areia padrão de 1,2 mm pelas demais frações mais finas. Essa alteração deve eliminar ou evitar a formação de vazios nos corpos-de-prova moldados. Esta redução do tamanho dos grãos provavelmente irá proporcionar maior uniformidade e homogeneidade da argamassa nos corpos-de-prova, o que deve também reduzir a variabilidade dos resultados.

O estudo das argilas calcinadas pode ser implementado com os ensaios de "Fratine" utilizando a (NBR 5753) medindo-se a alcalinidade e o teor de óxido de cálcio absorvido.

Para as combinações mais eficientes de finura e teores, poderiam ser feitos estudos no concreto visando avaliar os efeitos de compatibilidade com aditivos plastificantes e super-plastificantes assim como: módulo de elasticidade, permeabilidade, reação álcali agregado, penetração de íons cloreto, evolução das resistências nas idades precoces e após 28 dias e outros ensaios que possam avaliar a durabilidade dos concretos com a adição das argilas calcinadas.

Visando avaliar questões relacionadas à sustentabilidade, poderiam ser feitos comparativos de consumo de energia e emissão de CO<sub>2</sub> dos cimentos produzidos com argila calcinada e dos produzidos com cinza volante desde a jazida ou fonte geradora até o produto final para as combinações mais eficientes dos fatores controlados.

## REFERÊNCIAS

AÏTCIN, PIERRE CLAUDE. Cements of yesterday and today Concrete of Tomorrow. **Cement and Concrete Research** 30 (2000) 1349-1359. Faculté de Génie, Université de Sherbrooke. Sherbrooke Canada, 2000.

AMERICAN CONCRETE INSTITUTE. **ACI-214 4R**: Recommended Practice for Evaluation of Strength test Results of concrete. USA, 2003.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM C 618**: Standard Specification for Coal Fly Ash and Raw or Calcined Natural Pozzolan for Use in Concrete. USA, 2008.

ANDERSON, MARK; MAJ. DOV DOVER, P.E. Bonded Fly Ash: A Low-Energy Replacement for Portland Cement Concrete to Improve Resistance to Chem-Bio Intrusion. 12 p. **Collective Protection Conference**. Orlando – Flórida, 2002.

ANDRIOLO, F.R. **A utilização de pozolana na construção do conjunto hidroelétrico de Urubupunga**. Centrais Elétricas de São Paulo (CESP) - São Paulo, 1975.

AGÊNCIA NACIONAL DE ENERGIA ELÉTRICA - ANEEL. Disponível em: <<http://www.aneel.org.br>>. Acesso em 14/12/2009.

ASSOCIACAO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 5736**: Cimento Portland Pozolânico. Rio de Janeiro, 1991.

ASSOCIACAO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 5752**: Materiais Pozolânicos – Determinação de atividade Pozolânica com cimento Portland – Índice de Atividade Pozolância com Cimento. Rio de Janeiro, 1992.

ASSOCIACAO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 5753**: Cimento Portland Pozolânico - Determinação da pozolanicidade ( Fratine ). Rio de Janeiro, 1992.

ASSOCIACAO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 7214**: Areia padrão para ensaio de cimento portland. Rio de Janeiro, 1996.

ASSOCIACAO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 7215**: Cimento Portland - Determinação da resistência à compressão. Rio de Janeiro, 1996.

ASSOCIACAO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 11.578**: Cimento Portland Composto. Rio de Janeiro, 1991.



ASSOCIACAO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 12.653**: Materiais Pozolânicos – Especificação. Rio de Janeiro, 1992.

BATTAGIN, ARNALDO FORTI; PECCHIO, MARCELO. **Caracterização mineralógica por difratometria de raios-X e análise termodiferencial etermogravimétrica** – Relatório de ensaio ABCP 25.795 – 2003 – São Paulo.

CALDARONE, M.A.; GRUBER, K.A.; BURG, R.G.: High-reactivity Metakaolin: A New Generation Mineral Admixture. **Concrete International**. V16, n 11, p 37-40, Nov. 1994.

CHOI, HEE-YONG; HEY-ZOO HWANG; LEE, HYUN-SOO; KIM, MOON-HAN. **The activating method and effect of kaolin as a cement admixture**. Dae-Dong Institute of Technology. Korea, 2005.

COUTINHO, JOANA DE SOUSA. **Materiais de Construção 2 – Ligantes e Caldas**. FEUP. Faculdade de Engenharia. Universidade do Porto, Porto – Portugal, 2006.

DAL MOLIN, DENISE C.C; SOUZA, PAULO SÉRGIO LIMA. Estudo da Viabilidade do Uso de Argilas Calcinadas, como Pozolanas de Alta Reatividade. **IX ENTAC Encontro Nacional de Tecnologia do Ambiente Construído**. Foz do Iguaçu, 2002.

DAMASCENO, EDUARDO CAMILHER; LUZ, ADÃO BENVINDO. **Caulim, um mineral industrial importante**. CETEM/CNPq. Rio de Janeiro, 1993.

DONALD A. ST.JOHN , ALAN W. POOLE, E IAN SIMS – **Concrete Petrography – A handbook of investigative techniques** – 1ª Edição - Arnold - John Wiley – New York, 1998

GARDOLINSKI, JOSÉ EDUARDO; MARTINS FILHO, HARLEY PAIVA; WYPYCH, FERNANDO. Comportamento Térmico da Caulinita Hidrata. **Quim. Nova Vol.26 No.1 30-35, 2003**. Departamento de Química UFPR. Curitiba, 2003.

GOBBO, LUCIANO DE ANDRADE. **Os compostos do clínquer portland: sua caracterização por difração de raios-x e qualificação por refinamento de Rietveld**. 157 p. Dissertação (Mestrado em Geociências) – Instituto de Geociências – USP 2003.

GRIM, R.E. **Applied Clay Mineralogy**. New York: MAC GRAW-HILL BOOK COMPANY, INC., 1962.

HOLANDA, AURELIO BUARQUE DE. **Novo Dicionário Eletrônico Aurélio – versão 5.11.a.** 3ª Edição. Editora Positivo Informática Ltda, 2008.

IBGE – Instituto Brasileiro de Geografia e Estatística – Disponível em:<<http://www.ibge.org.br>>. Acesso em 15/01/2010.

ISAIA, GERALDO CECHELLA. **A Durabilidade do concreto de alto desempenho e o meio ambiente: um estudo sócio econômico.** Universidade de Santa Maria-RS, 2003.

MALHOTRA, V.M.; ZHANG, M.H.: **Characteristics of Thermally activated aluminosilicate pozzolanic material and its use in concrete.** Cement and Concrete Research, v.25, n°8, p 1713-1725, Jul 1995.

MEHTA, P. KUMAR; MONTEIRO, PAULO J.M. **Concreto – Microestrutura, Propriedades e Materiais.**, 1ª Edição. São Paulo, IBRACON 2008.

MEHTA, P. KUMAR; MONTEIRO, PAULO J.M.: **Concreto – Estrutura, Propriedades e Materiais.** São Paulo. PINI, 1994.

MEHTA, P. KUMAR; MALHOTRA, V.M.: **High-Performance, High-Volume Fly Ash Concrete for Building Sustainable and Durable Structures.** Third Edition, Ottawa, Canada, Jan 2008.

MONTGOMERY, DOUGLAS C.: **Design and Analysis of Experiments.** 5ª Edição. Arizona Estate University, 2001.

MOREIRA DO CARMO, JOÃO BOSCO. **Análise Comparativa do Desempenho de Concretos Compostos com Sílica Ativa e Metacaulim face à Resistência Mecânica e a Viabilidade Econômica.** Dissertação (Mestrado em Construção civil). Universidade Federal do Paraná – UFPR , 2006.

NEVILLE, ADAM M. **Propriedades do Concreto.** Tradução: Giammusso, Salvador E. São Paulo. PINI, 1997.

OLIVEIRA, MARÍLIA P. DE OLIVEIRA; BARBOSA, NORMANDO P. **Potencialidades de um Caulim Calcinado como Material de Substituição parcial do cimento portland em argamassas –** Revista Brasileira de Engenharia Agrícola e Ambiental. V10 n2. p.490-496. Campina Grande. PB, 2006

PAULON, VLADIMIR ANTONIO. **Capítulo 19 - A Microestrutura do Concreto Convencional.** In: GERALDO CECHELLA ISAIA. **Concreto Ensino e Pesquisa.** São Paulo: 2005. IBRACON, Vol 1. p. 583-604.

SANTOS, PÉRSIO DE SOUZA. **Ciência e Tecnologia de Argilas**. Volume 1 – 2ª Edição Edgard Blucher Ltda, São Paulo, 1968.

SNIC – PRESS KIT 2008 – Sindicato Nacional da Indústria de Cimento. Disponível em: <<http://www.snic.com.br>>. Acesso em: 15/12/2009.

SILVA, MARISTELA GOMES. **Cimentos Portland com Adições Minerais**. Materiais de Construção Civil. Cap 23- GERALDO C. ISAIA. São Paulo, 2007.

SINDUSCON – Sindicato da Construção civil do Paraná. Disponível em: <<http://www.sinduscon-pr.org.br>>. Acesso em 12/12/2009.

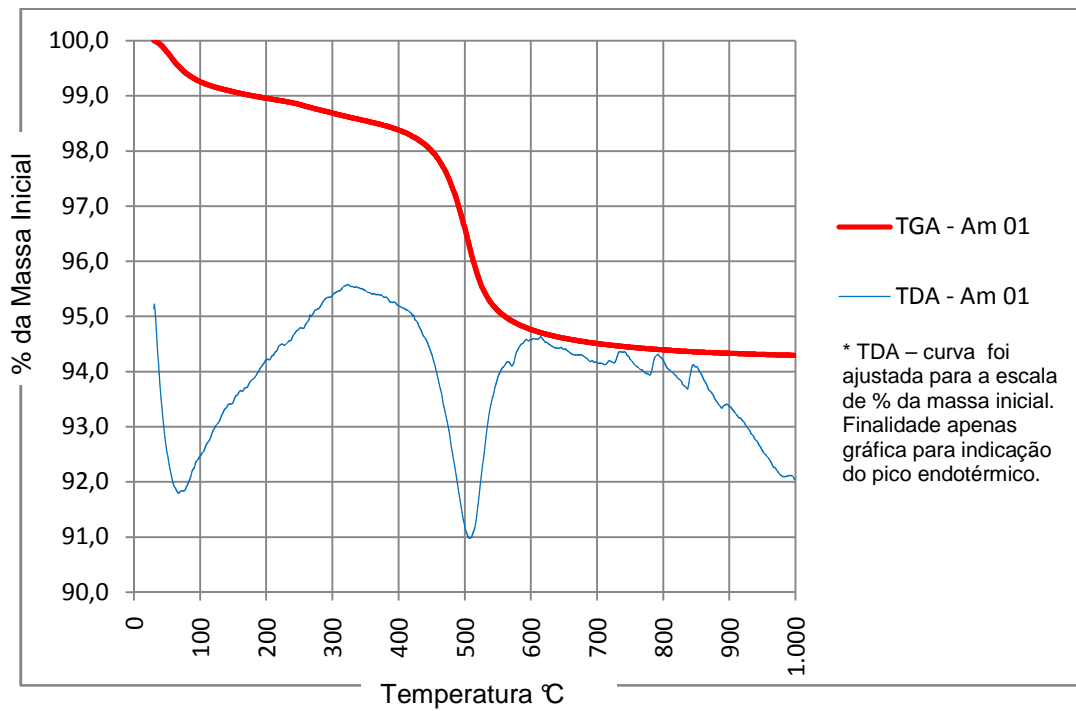
SOUZA, PAULO SÉRGIO LIMA. **Verificação do uso do metacaulim de alta reatividade nas propriedades dos concretos de alta resistência**. 203 f. Tese (Doutorado em Engenharia) - UFRG – Porto Alegre, 2003.

TEM CATEN, CARLA SHWENGBER; RIBEIRO, JOSÉ LUIS DUARTE. – **Projeto de Experimentos – FEENG/UFRGS**. Porto Alegre, 2001.

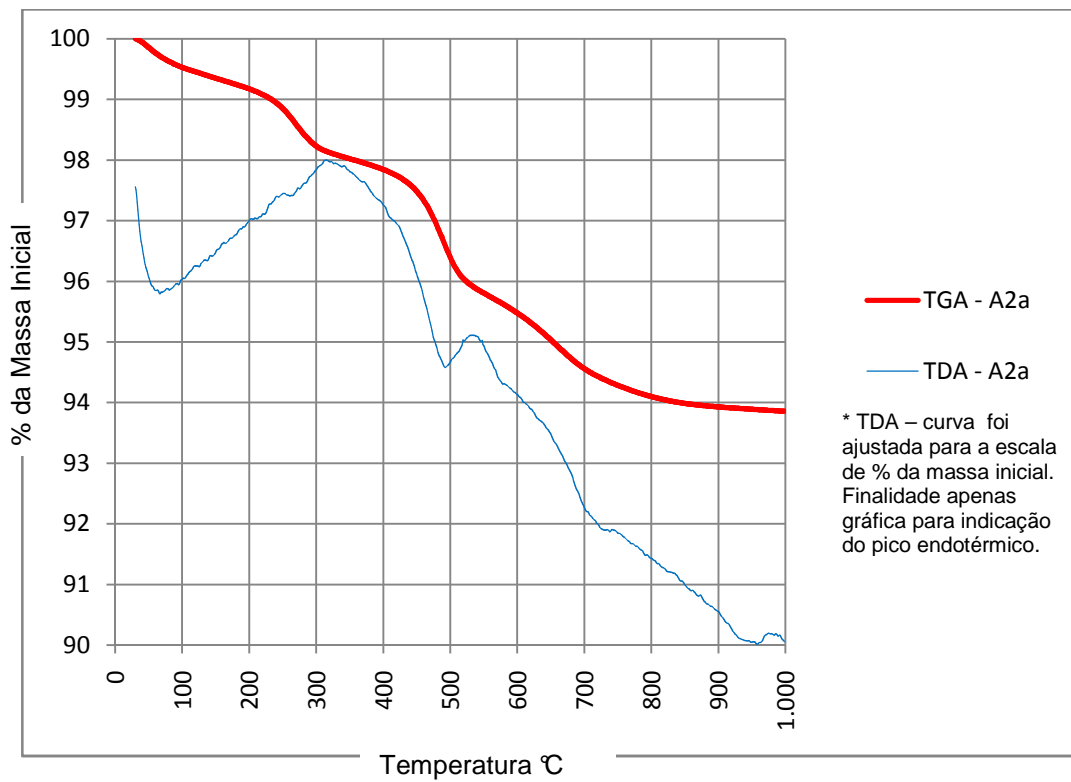
TEM CATEN, CARLA SHWENGBER; RIBEIRO, JOSÉ LUIS DUARTE. – **Estatística Industrial – FEENG/UFRGS**. Porto Alegre, 2001.

ZAMPIERI, VALDIR APARECIDO. **Cimento Portland Aditivado com Pozolanas de Argilas Calcinadas: Fabricação, Hidratação e Desempenho Mecânico**. 233 p. Tese (Doutorado em Geociências) - Instituto de Geociências – USP, São Paulo, 1993.

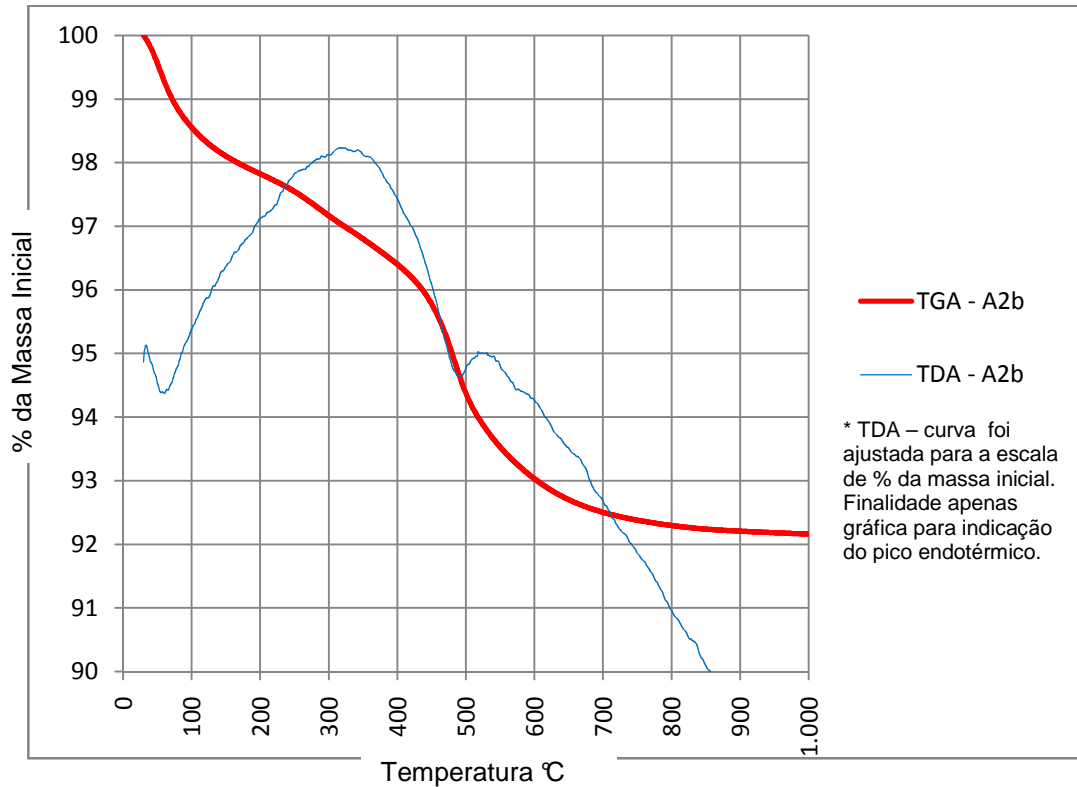
## ANEXOS



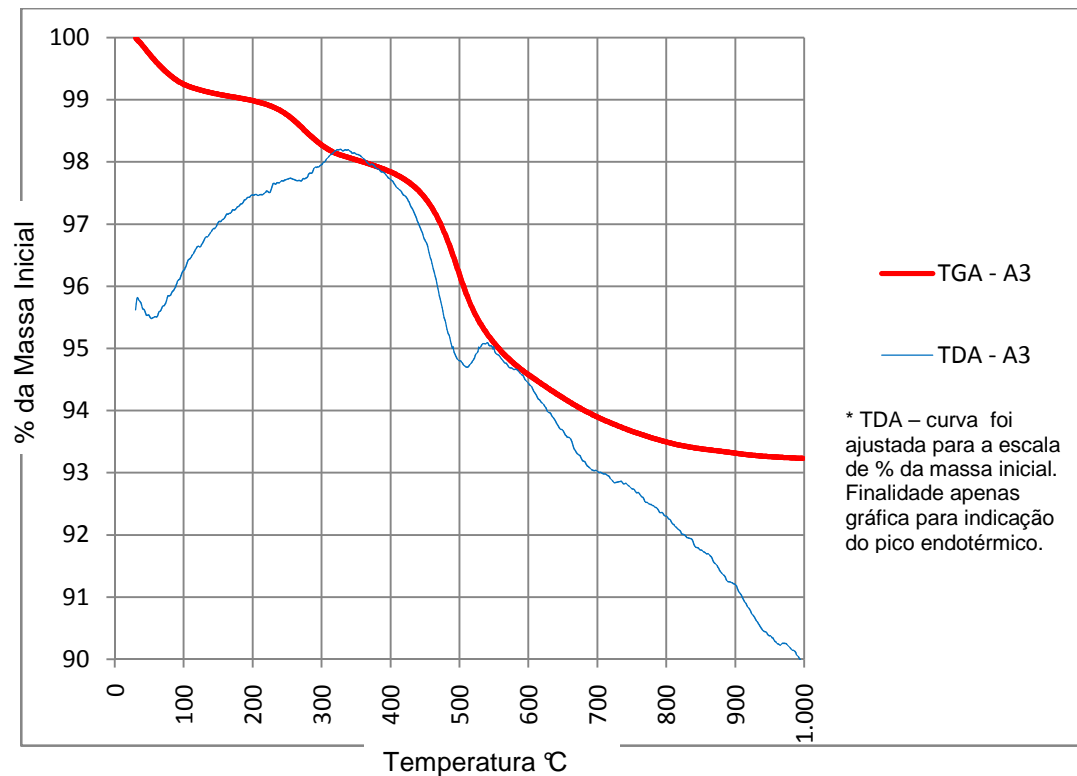
Anexo 01 – Ensaio TGA/TDA – Amostra A1 – LAMIR-UFPR



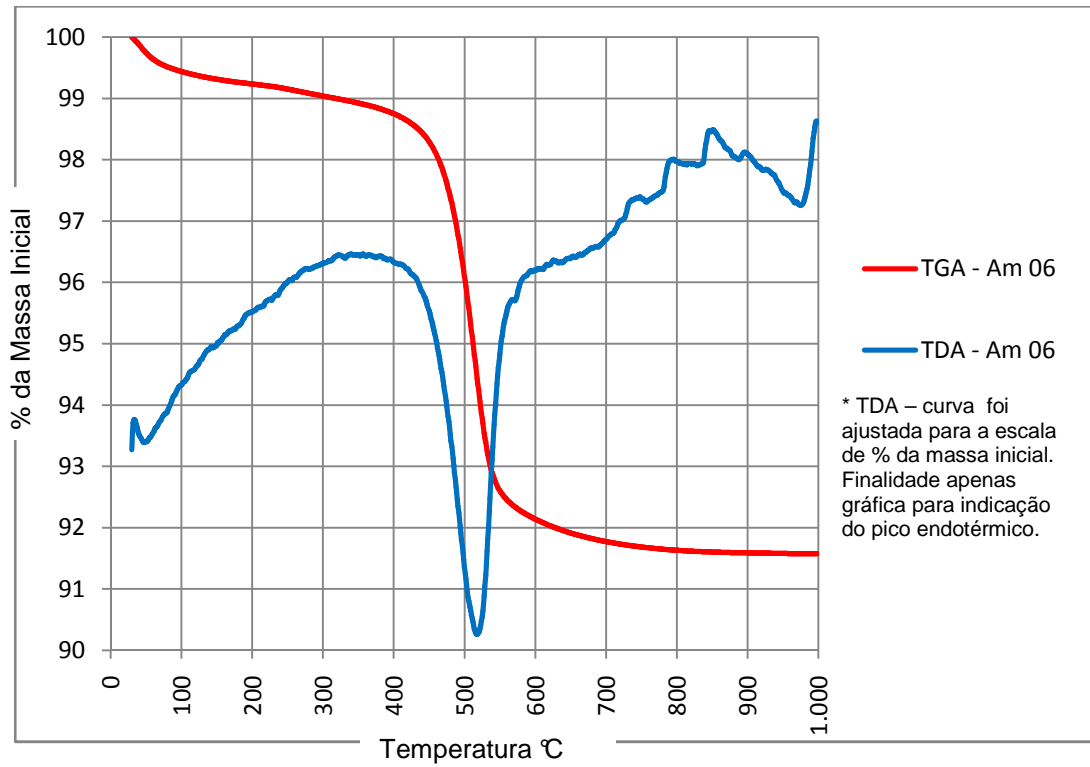
Anexo 2 – Ensaio TGA/TDA – Amostra A2a – LAMIR-UFPR



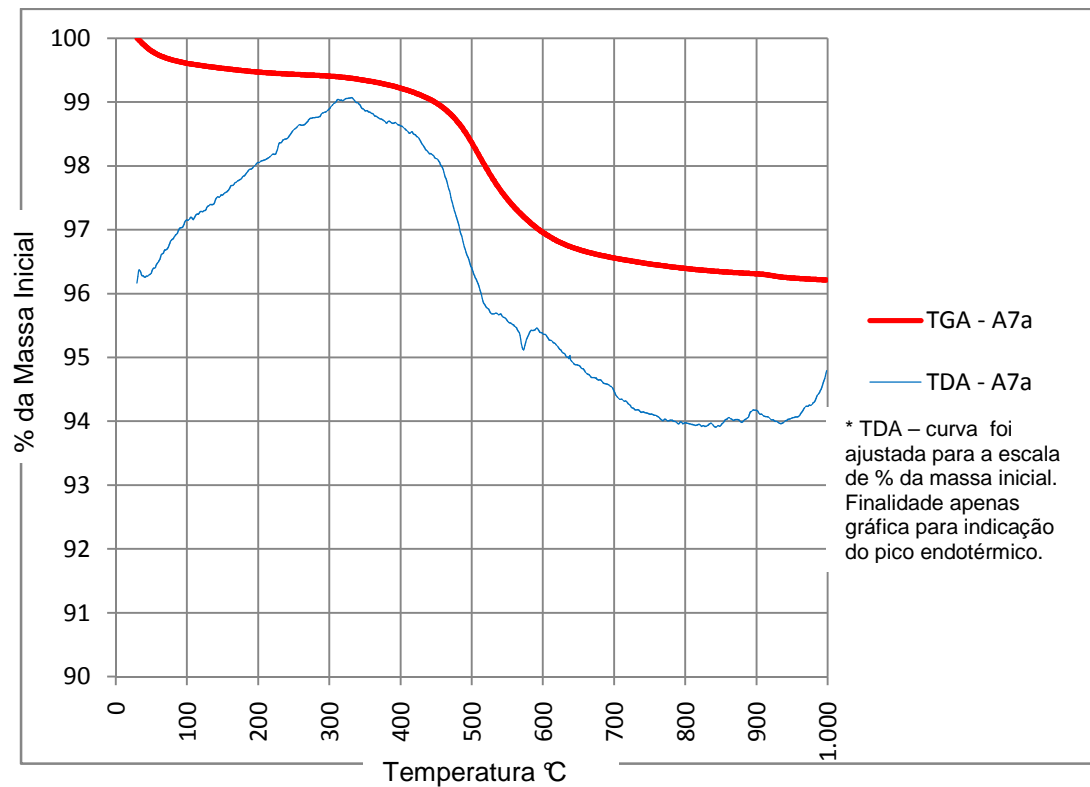
Anexo 3 – Ensaios TGA/TDA – Amostra A2b – LAMIR-UFPR



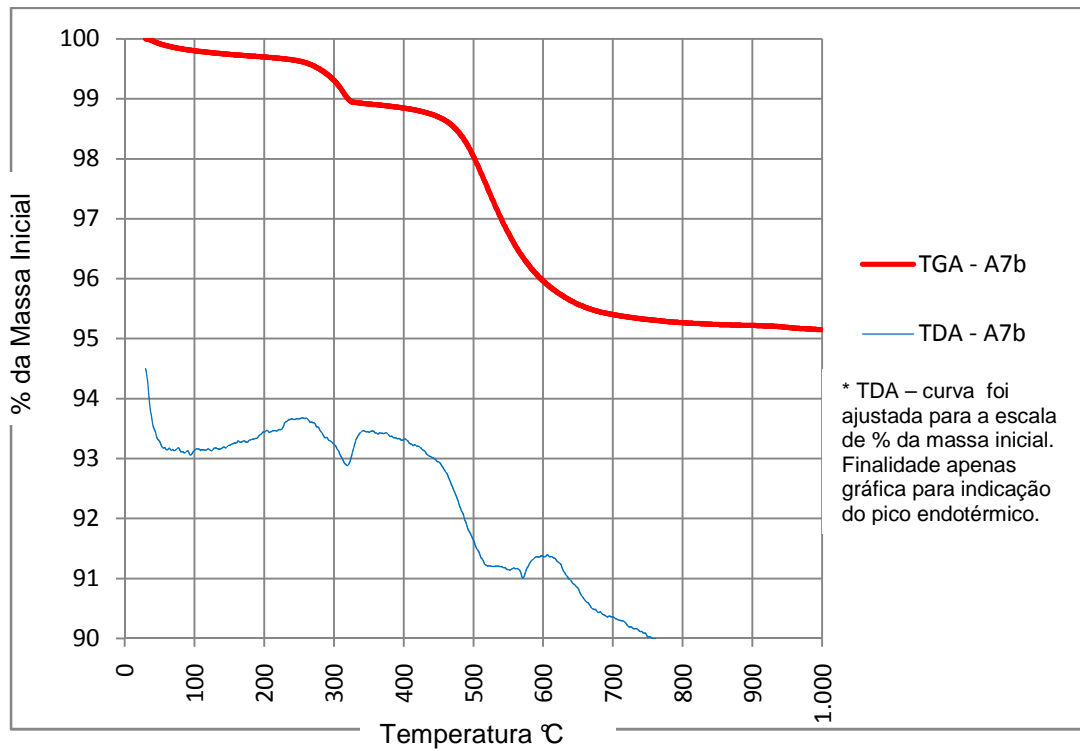
Anexo 4 – Ensaios TGA/TDA – Amostra A3 – LAMIR-UFPR



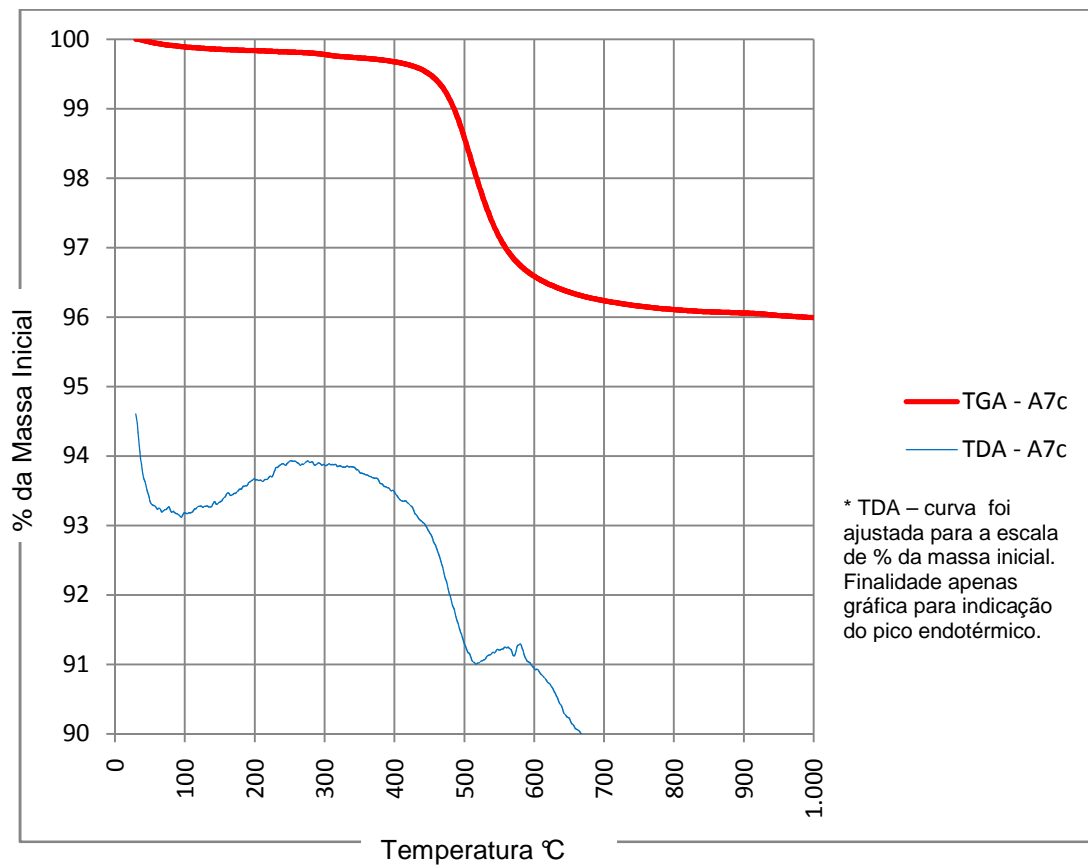
Anexo 6 – Ensaios TGA/TDA – Amostra A6 – LAMIR-UFPR



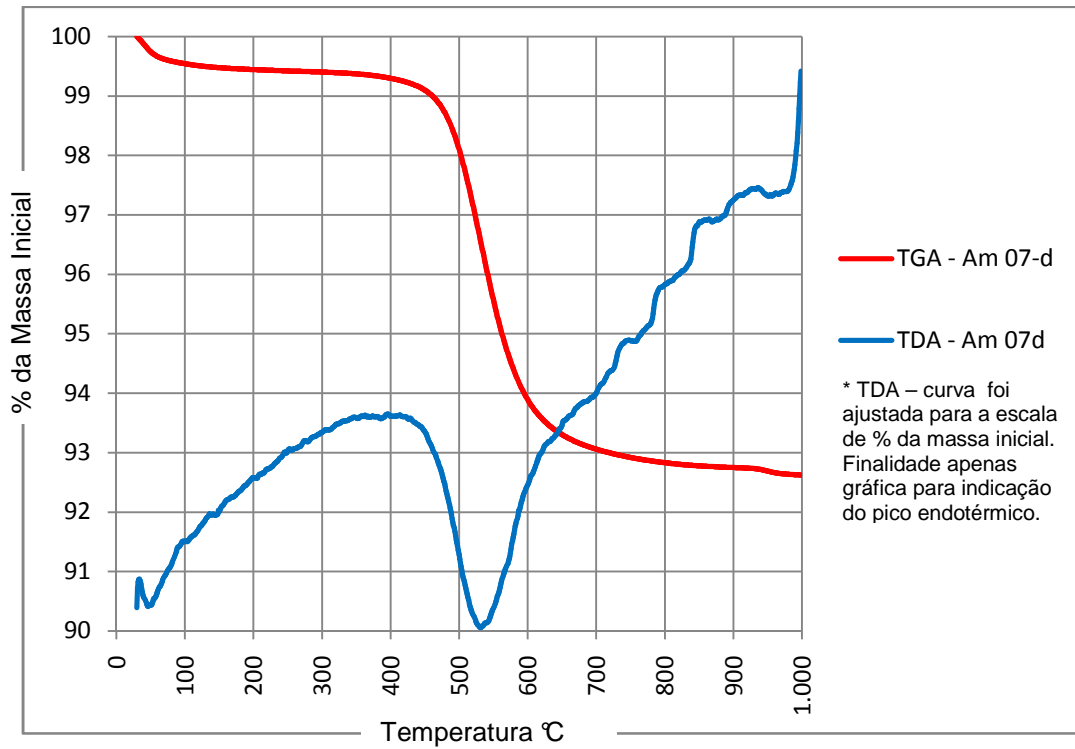
Anexo 7 – Ensaios TGA/TDA – Amostra A7a – LAMIR-UFPR



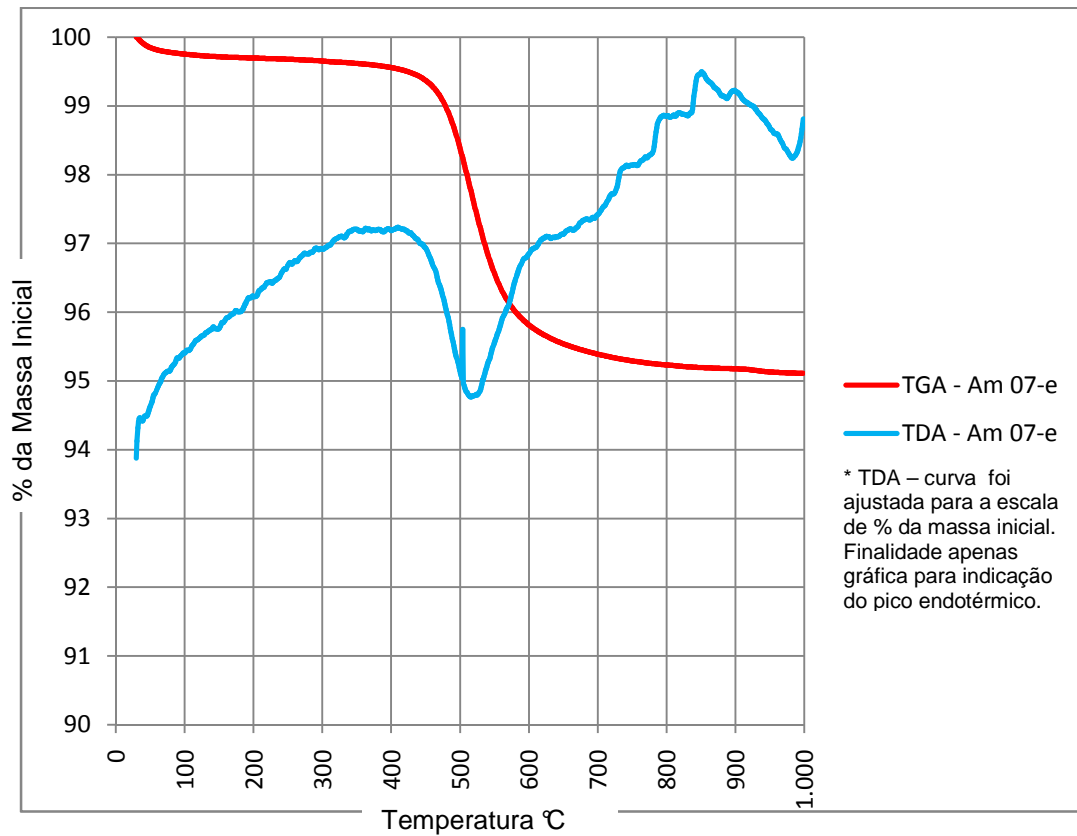
Anexo 8 – Ensaios TGA/TDA – Amostra A7b – LAMIR-UFPR



Anexo 9 – Ensaios TGA/TDA – Amostra A7c – LAMIR-UFPR

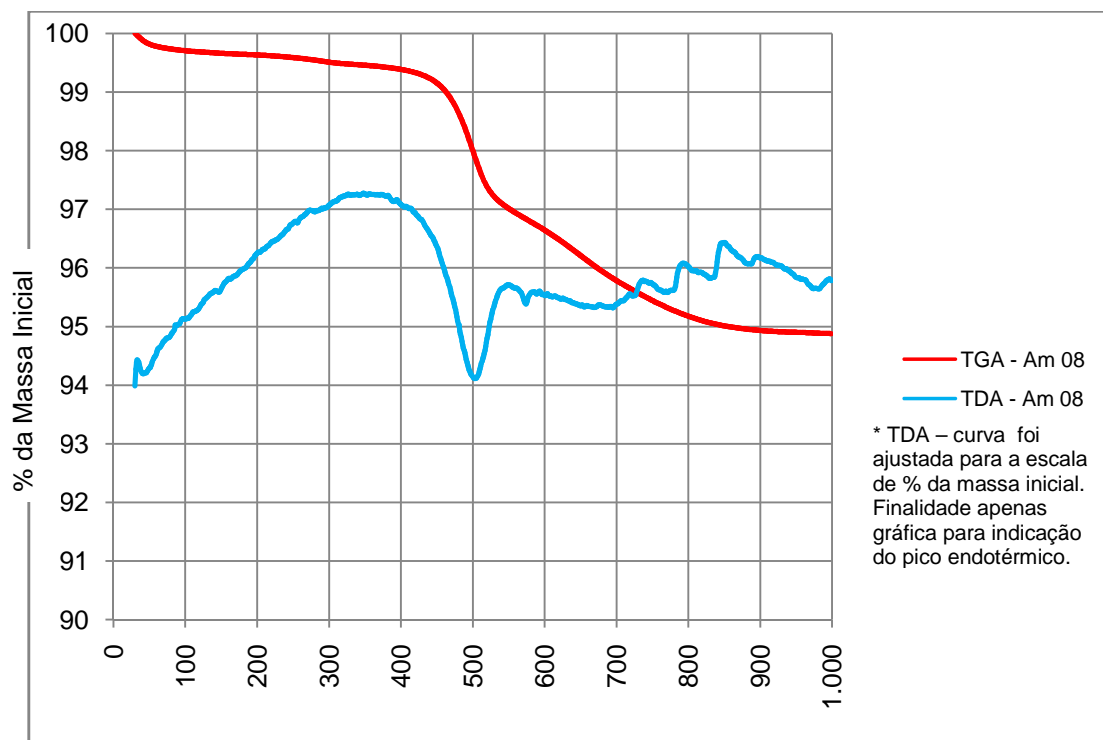


Anexo 10 – Ensaios TGA/TDA – Amostra A7d – LAMIR-UFPR



Anexo 11 – Ensaios TGA/TDA – Amostra A7e – LAMIR-UFPR





Aenxo 12 – Ensaios TGA/TDA – Amostra A8 – LAMIR-UFPR

Anexo 13 – Resultados em MPa dos ensaios de resistência aos 7 dias de idade com a argila A3 em corpos-de-prova de 25 x 50 mm e argamassa de cimento Portland CP II F 32.

Temp. °C	Argila A3 – 7 dias														
	Finura in natura					Finura #200					Finura #325				
	Fator D(l) % Adição					Fator D(l) % Adição					Fator D(l) % Adição				
	0%	10%	20%	30%	40%	0%	10%	20%	30%	40%	0%	10%	20%	30%	40%
650°C	<b>Amostra 01</b>					<b>Amostra 02</b>					<b>Amostra 03</b>				
	30,1	31,3	25,6	23,4	19,0	32,2	28,4	31,0	30,2	31,4	32,6	30,3	31,0	25,7	26,6
	29,2	26,9	23,8	21,4	22,1	32,7	29,2	29,9	28,3	29,4	32,0	30,7	27,7	27,7	24,2
	30,1	29,1	27,0	23,2	19,5	33,4	30,4	30,1	31,0	28,5	29,0	28,8	29,9	28,2	28,3
	27,8	26,0	30,4	21,4	18,3	29,6	29,8	29,1	32,1	30,7	29,8	27,1	30,1	30,0	29,1
	30,4	30,3	26,5	21,8	17,8	27,9	31,4	30,1	30,7	27,1	31,8	32,1	28,6	27,9	27,0
750°C	<b>Amostra 04</b>					<b>Amostra 05</b>					<b>Amostra 06</b>				
	36,5	28,1	26,2	18,3	18,2	26,8	28,2	28,2	28,2	25,9	29,2	25,4	27,1	26,7	27,7
	34,4	28,2	24,8	19,3	18,5	25,2	31,9	29,9	27,2	27,0	30,9	26,0	27,9	29,6	28,2
	32,6	30,0	26,4	22,5	19,8	27,2	30,9	30,4	29,9	25,3	29,8	28,0	27,2	27,1	28,7
	30,9	28,7	24,6	20,7	18,2	25,2	30,5	30,3	29,1	23,7	30,9	28,1	28,6	23,9	28,5
	34,5	26,4	25,1	19,6	20,9	26,4	28,2	33,6	34,0	25,3	30,3	29,0	29,5	29,6	23,8
850°C	<b>Amostra 07</b>					<b>Amostra 08</b>					<b>Amostra 09</b>				
	36,5	28,9	20,7	21,1	18,9	27,4	23,2	23,7	23,1	23,3	26,8	29,8	23,1	30,4	30,0
	34,4	26,4	23,1	24,5	17,6	25,2	25,2	24,2	28,0	29,0	25,2	31,1	26,7	33,4	35,8
	32,6	26,0	24,0	20,0	20,2	31,0	22,0	26,8	27,4	29,9	27,2	27,5	29,0	33,7	34,4
	30,9	30,5	21,4	23,1	19,1	27,9	22,1	24,8	29,7	26,8	25,2	28,2	29,9	32,8	29,9
	34,5	23,4	24,2	20,1	19,4	27,9	23,4	25,2	27,2	28,0	26,4	31,8	28,0	34,5	34,7

Anexo 14 – Resultados em MPa dos ensaios de resistência aos 7 dias de idade com a argila A6 em corpos-de-prova de 25 x 50 mm de argamassa com cimento Portland CP II F 32.

Temp. °C	Argila A6 – 7 dias														
	Finura in natura					Finura #200					Finura #325				
	Fator D(I) % Adição					Fator D(I) % Adição					Fator D(I) % Adição				
	0%	10%	20%	30%	40%	0%	10%	20%	30%	40%	0%	10%	20%	30%	40%
650°C	<b>Amostra 11</b>					<b>Amostra 12</b>					<b>Amostra 13</b>				
	24,1	18,7	17,4	20,7	17,6	27,5	21,8	23,5	18,8	19,7	29,0	25,7	32,8	33,3	29,1
	27,2	17,1	15,7	19,3	12,2	22,7	21,7	23,1	19,8	18,0	30,8	29,0	31,3	29,5	26,5
	23,8	15,1	19,0	15,2	18,9	23,6	21,7	26,0	20,1	23,6	28,1	28,4	31,1	32,9	30,0
	23,8	17,8	16,8	17,8	12,9	24,9	21,6	22,2	20,7	19,9	25,1	31,6	32,1	34,5	27,5
	20,0	17,2	14,1	16,1	13,5	25,9	21,7	22,3	21,1	19,8	28,8	30,2	32,2	34,2	28,3
750°C	<b>Amostra 14</b>					<b>Amostra 15</b>					<b>Amostra 16</b>				
	31,7	34,9	28,2	28,4	22,2	32,2	27,2	28,1	26,2	23,3	30,1	29,3	30,4	36,7	31,7
	30,5	33,0	28,5	28,0	23,6	25,6	27,0	29,2	26,1	25,0	29,2	28,4	27,9	33,5	34,1
	30,7	30,8	29,8	28,3	24,9	27,4	28,9	26,2	27,2	27,3	30,1	31,0	28,6	33,2	25,6
	30,6	34,1	28,6	25,6	22,8	32,5	23,5	27,2	28,9	24,9	27,8	29,8	27,5	33,5	30,0
	34,4	29,4	30,1	28,8	23,9	26,8	27,6	26,7	25,3	22,7	30,4	32,6	28,7	30,5	30,3
850°C	<b>Amostra 17</b>					<b>Amostra 18</b>					<b>Amostra 19</b>				
	32,9	31,2	29,7	29,5	23,7	32,6	28,0	36,2	30,4	32,4	27,4	31,9	29,0	33,2	28,1
	32,3	31,3	29,2	29,4	25,4	32,0	29,9	33,4	32,8	29,4	25,2	29,4	35,7	31,1	31,6
	33,2	32,5	27,4	24,9	21,2	29,0	28,8	38,1	36,4	33,0	31,0	30,2	26,5	32,0	28,2
	29,3	29,6	29,1	27,3	24,1	29,8	29,5	33,8	32,1	30,3	27,9	31,3	30,9	31,8	24,7
	36,6	34,4	28,6	27,2	19,2	31,8	30,3	38,6	34,7	30,9	27,9	32,1	29,4	32,0	28,1

Anexo 15 – Resultados em MPa dos ensaios de resistência aos 7 dias de idade com a argila A7e em corpos-de-prova de 25 x 50 mm e argamassa de cimento Portland CP II F 32.

Temp. °C	Argila A7e – 7 dias														
	Finura in natura					Finura #200					Finura #325				
	Fator D(l) % Adição					Fator D(l) % Adição					Fator D(l) % Adição				
	0%	10%	20%	30%	40%	0%	10%	20%	30%	40%	0%	10%	20%	30%	40%
650°C	Amostra 21					Amostra 22					Amostra 23				
	24,1	15,3	19,4	17,4	19,6	27,5	24,6	24,0	24,5	23,6	25,8	29,1	29,2	34,1	29,5
	27,2	15,1	19,9	19,3	21,4	22,7	25,8	25,4	20,4	23,3	24,7	30,4	29,3	34,1	28,8
	23,8	15,9	21,4	17,2	13,4	23,6	27,8	24,9	19,5	21,3	27,8	32,9	30,5	31,4	28,5
	23,8	15,5	16,8	18,1	13,0	24,9	24,5	24,4	23,7	21,8	30,7	30,1	31,0	31,8	29,5
	20,0	17,7	19,4	17,0	12,0	25,9	26,4	23,5	20,7	23,2	28,2	30,7	26,9	33,7	31,2
750°C	Amostra 24					Amostra 25					Amostra 26				
	23,2	28,1	27,0	21,9	20,9	29,2	29,2	27,6	30,2	28,0	32,2	27,1	29,2	32,0	25,9
	29,4	24,8	26,2	21,1	17,4	30,9	28,5	28,9	22,9	26,6	32,7	24,2	26,7	30,1	27,7
	26,0	24,3	24,5	21,5	22,0	29,8	29,3	28,1	25,1	25,8	33,4	25,9	28,5	28,2	29,0
	27,2	25,7	26,8	23,4	19,9	30,9	27,1	28,3	25,2	25,0	29,6	31,0	28,5	31,8	32,1
	27,1	26,8	23,8	21,3	19,6	30,3	31,3	25,1	27,2	26,4	27,9	25,5	30,5	28,4	26,1
850°C	Amostra 27					Amostra 28					Amostra 29				
	31,4	33,5	29,2	23,9	25,1	32,2	24,1	27,1	27,8	30,0	31,4	34,0	35,1	34,0	29,1
	27,6	32,3	28,4	26,1	19,0	25,6	25,8	28,7	31,5	25,7	27,6	33,5	28,7	25,8	27,3
	34,5	27,6	27,9	24,0	19,5	27,4	25,6	22,1	29,5	33,9	34,5	31,8	29,1	32,6	25,0
	35,6	33,6	25,8	24,4	21,2	32,5	27,6	26,0	31,7	29,9	35,6	33,2	28,1	30,7	27,3
	33,6	32,7	33,4	24,5	21,2	26,8	25,0	28,7	30,7	33,7	38,6	33,1	30,3	30,8	27,6

Anexo 16 – Resultados em MPa dos ensaios de resistência aos 28 dias de idade com a argila A3 em corpos-de-prova de 25 x 50 mm e argamassa de cimento Portland CP II F 32.

Temp. °C	Argila A3 – 28 dias														
	Finura in natura					Finura #200					Finura #325				
	Fator D(l) % Adição					Fator D(l) % Adição					Fator D(l) % Adição				
	0%	10%	20%	30%	40%	0%	10%	20%	30%	40%	0%	10%	20%	30%	40%
650°C	<b>Amostra 01</b>					<b>Amostra 02</b>					<b>Amostra 03</b>				
	37,1	29,0	29,1	25,2	20,4	38,7	29,0	30,8	33,3	32,1	33,2	29,9	30,1	28,8	26,6
	38,5	30,7	27,6	24,3	21,0	38,3	34,2	32,7	34,5	35,0	30,5	29,8	30,2	26,7	29,1
	40,1	33,1	31,3	23,7	20,5	39,1	29,0	32,8	30,9	32,9	31,1	33,4	30,0	29,2	26,1
	39,6	32,8	28,8	25,4	24,1	41,7	32,7	35,3	33,0	34,5	31,2	32,7	30,5	28,8	25,6
42,8	36,8	34,0	22,5	23,3	39,4	32,2	32,0	36,3	31,3	32,5	30,7	33,7	33,6	29,0	
750°C	<b>Amostra 04</b>					<b>Amostra 05</b>					<b>Amostra 06</b>				
	33,6	33,1	26,0	23,0	19,5	38,5	40,5	34,0	35,4	32,1	28,3	29,2	29,0	29,0	36,3
	37,4	32,8	27,8	22,5	19,1	37,4	40,4	33,8	34,2	35,6	33,7	25,9	32,8	32,8	33,9
	38,1	28,9	29,9	24,3	20,4	45,3	41,0	38,2	36,9	37,8	30,6	28,7	25,9	25,9	33,4
	33,6	31,8	26,9	22,9	16,1	43,1	37,9	39,7	33,4	37,2	29,3	28,0	33,0	33,0	32,6
37,2	32,7	29,3	22,3	20,2	45,5	39,5	47,6	27,1	35,1	31,3	29,3	30,6	30,6	33,2	
850°C	<b>Amostra 07</b>					<b>Amostra 08</b>					<b>Amostra 09</b>				
	33,6	30,8	25,5	25,0	22,2	29,2	23,8	26,4	25,1	27,4	38,5	35,8	43,1	41,9	39,3
	37,4	29,0	28,5	26,7	22,7	28,8	26,2	28,6	25,9	29,0	37,4	39,7	40,4	45,1	39,6
	38,1	32,1	26,6	27,1	20,4	28,7	23,9	26,7	22,7	29,5	45,3	41,7	38,9	42,0	40,9
	33,6	30,7	26,6	25,2	21,8	30,8	23,0	26,0	24,8	26,8	43,1	37,2	40,2	43,9	39,9
37,2	31,2	28,2	26,0	18,4	34,2	26,1	32,1	30,0	27,4	45,5	42,8	40,6	45,2	40,2	

Anexo 17 – Resultados em MPa dos ensaios de resistência aos 28 dias de idade com a argila A6 em corpos-de-prova de 25 x 50 mm e argamassa de cimento Portland CP II F 32.

Temp. °C	Argila A6 – 28 dias														
	Finura in natura					Finura #200					Finura #325				
	Fator D(l) % Adição					Fator D(l) % Adição					Fator D(l) % Adição				
	0%	10%	20%	30%	40%	0%	10%	20%	30%	40%	0%	10%	20%	30%	40%
650°C	<b>Amostra 11</b>					<b>Amostra 12</b>					<b>Amostra 13</b>				
	30,6	34,3	30,5	28,5	22,3	38,0	35,8	34,4	32,4	34,5	33,8	30,5	33,7	31,0	27,9
	33,1	32,6	33,9	22,7	22,4	37,7	39,0	31,6	34,2	32,3	34,5	31,4	37,5	39,6	30,2
	27,7	30,8	29,9	24,3	21,3	37,2	38,6	35,1	35,2	32,3	34,7	31,4	37,1	31,8	31,1
	33,9	30,5	28,9	21,0	23,8	41,7	36,3	37,8	31,3	30,5	34,3	31,2	37,0	39,1	29,5
	29,2	31,7	30,4	23,8	23,0	34,1	31,9	33,1	33,6	31,9	31,2	30,5	36,8	31,4	32,2
750°C	<b>Amostra 14</b>					<b>Amostra 15</b>					<b>Amostra 16</b>				
	39,5	35,5	33,0	31,3	25,9	25,5	26,0	31,0	28,7	27,1	37,1	37,3	33,2	36,5	34,3
	37,5	38,1	35,5	32,7	28,7	24,8	27,0	26,6	29,6	29,2	38,5	40,0	39,9	38,6	36,1
	39,5	38,5	32,6	31,3	26,9	27,4	25,0	28,0	29,1	25,8	40,1	38,1	41,1	33,3	34,9
	40,4	37,4	32,2	29,7	26,7	24,1	24,7	27,9	31,2	25,6	39,6	40,7	38,9	36,9	34,9
	40,6	41,2	32,6	32,3	26,7	25,8	27,6	28,9	27,2	28,3	42,8	42,1	40,5	41,3	30,8
850°C	<b>Amostra 17</b>					<b>Amostra 18</b>					<b>Amostra 19</b>				
	33,7	38,0	28,8	33,5	28,2	33,2	31,8	37,1	34,0	31,5	29,2	30,5	35,8	31,4	36,4
	35,5	39,2	36,6	31,1	27,5	30,5	34,0	36,9	36,7	32,8	28,8	32,2	34,2	32,7	37,5
	35,4	34,8	36,7	30,3	26,4	31,1	30,6	34,5	29,6	30,8	28,7	29,6	33,5	37,5	37,2
	33,2	38,9	34,6	32,9	24,8	31,2	31,2	35,7	36,5	33,6	30,8	31,2	31,4	37,2	35,8
	41,5	33,7	36,2	33,3	26,3	32,5	30,4	40,6	34,5	37,4	34,2	30,9	38,0	37,9	39,2

Anexo 18 – Resultados em MPa dos ensaios de resistência aos 28 dias de idade com a argila A7e em corpos-de-prova de 25 x 50 mm e argamassa de cimento Portland CP II F 32.

Temp. °C	Argila A7e – 28 dias														
	Finura in natura					Finura #200					Finura #325				
	Fator D(l) % Adição					Fator D(l) % Adição					Fator D(l) % Adição				
	0%	10%	20%	30%	40%	0%	10%	20%	30%	40%	0%	10%	20%	30%	40%
650°C	<b>Amostra 21</b>					<b>Amostra 22</b>					<b>Amostra 23</b>				
	30,6	28,3	27,4	28,0	24,5	38,0	30,5	31,1	29,9	28,7	32,3	33,4	34,3	35,8	30,0
	33,1	26,9	30,3	27,5	26,7	37,7	35,3	28,6	32,3	31,2	27,8	34,8	32,7	34,7	29,8
	27,7	32,7	28,2	28,5	27,7	37,2	31,9	34,5	31,2	25,2	30,1	33,3	32,2	35,9	28,1
	33,9	29,0	29,6	26,6	22,3	41,7	33,8	29,8	30,8	28,5	27,8	32,5	34,8	33,9	28,2
	29,2	31,8	26,4	25,9	26,0	34,1	33,1	31,2	27,3	25,1	28,7	36,0	32,8	34,3	30,7
750°C	<b>Amostra 24</b>					<b>Amostra 25</b>					<b>Amostra 26</b>				
	38,4	33,7	30,0	28,6	23,5	28,3	28,8	33,9	32,5	26,8	38,7	35,8	32,1	35,4	34,3
	36,6	34,1	34,7	29,2	24,8	33,7	28,1	29,3	35,0	23,2	38,3	35,1	32,6	36,3	33,7
	33,4	30,6	30,6	24,9	20,8	30,6	25,3	29,2	30,0	31,5	39,1	30,0	36,0	33,6	28,8
	33,9	30,2	30,6	26,1	24,4	29,3	30,1	31,3	32,7	25,1	41,7	36,7	35,5	33,9	33,8
	35,8	35,7	28,2	25,0	21,1	31,3	32,9	26,0	33,4	27,3	39,4	32,4	34,1	30,5	31,0
850°C	<b>Amostra 27</b>					<b>Amostra 28</b>					<b>Amostra 29</b>				
	39,5	38,4	34,8	25,4	26,8	25,5	29,0	27,1	34,6	29,5	39,5	36,6	38,0	38,6	36,7
	40,2	37,9	33,9	26,3	24,1	24,8	26,6	27,9	25,4	27,6	40,2	36,8	38,9	39,5	30,3
	38,3	32,1	31,3	24,3	26,1	27,4	33,6	24,0	29,9	29,5	38,3	37,0	39,8	36,5	34,7
	33,7	37,0	32,4	26,3	21,6	24,1	29,9	26,6	33,9	27,9	33,7	34,0	36,2	38,6	27,9
	39,8	28,9	32,0	25,6	26,2	25,8	27,3	30,1	30,7	32,9	39,8	40,1	45,1	42,5	37,6

Anexo 19 – Resultados em MPa dos ensaios de resistência aos 63 dias de idade com a argila A3 em corpos-de-prova de 25 x 50 mm e argamassa de cimento Portland CP II F 32.

Temp. °C	Argila A3 – 63 dias														
	Finura in natura					Finura #200					Finura #325				
	Fator D(l) % Adição					Fator D(l) % Adição					Fator D(l) % Adição				
	0%	10%	20%	30%	40%	0%	10%	20%	30%	40%	0%	10%	20%	30%	40%
650°C	<b>Amostra 01</b>					<b>Amostra 02</b>					<b>Amostra 03</b>				
	37,1	29,0	29,1	25,2	20,4	38,7	29,0	30,8	33,3	32,1	33,2	29,9	30,1	28,8	26,6
	38,5	30,7	27,6	24,3	21,0	38,3	34,2	32,7	34,5	35,0	30,5	29,8	30,2	26,7	29,1
	40,1	33,1	31,3	23,7	20,5	39,1	29,0	32,8	30,9	32,9	31,1	33,4	30,0	29,2	26,1
	39,6	32,8	28,8	25,4	24,1	41,7	32,7	35,3	33,0	34,5	31,2	32,7	30,5	28,8	25,6
42,8	36,8	34,0	22,5	23,3	39,4	32,2	32,0	36,3	31,3	32,5	30,7	33,7	33,6	29,0	
750°C	<b>Amostra 04</b>					<b>Amostra 05</b>					<b>Amostra 06</b>				
	33,6	33,1	26,0	23,0	19,5	38,5	40,5	34,0	35,4	32,1	28,3	29,2	29,0	29,0	36,3
	37,4	32,8	27,8	22,5	19,1	37,4	40,4	33,8	34,2	35,6	33,7	25,9	32,8	32,8	33,9
	38,1	28,9	29,9	24,3	20,4	45,3	41,0	38,2	36,9	37,8	30,6	28,7	25,9	25,9	33,4
	33,6	31,8	26,9	22,9	16,1	43,1	37,9	39,7	33,4	37,2	29,3	28,0	33,0	33,0	32,6
	37,2	32,7	29,3	22,3	20,2	45,5	39,5	47,6	27,1	35,1	31,3	29,3	30,6	30,6	33,2
850°C	<b>Amostra 07</b>					<b>Amostra 08</b>					<b>Amostra 09</b>				
	33,6	30,8	25,5	25,0	22,2	29,2	23,8	26,4	25,1	27,4	38,5	35,8	43,1	41,9	39,3
	37,4	29,0	28,5	26,7	22,7	28,8	26,2	28,6	25,9	29,0	37,4	39,7	40,4	45,1	39,6
	38,1	32,1	26,6	27,1	20,4	28,7	23,9	26,7	22,7	29,5	45,3	41,7	38,9	42,0	40,9
	33,6	30,7	26,6	25,2	21,8	30,8	23,0	26,0	24,8	26,8	43,1	37,2	40,2	43,9	39,9
37,2	31,2	28,2	26,0	18,4	34,2	26,1	32,1	30,0	27,4	45,5	42,8	40,6	45,2	40,2	



Anexo 20 – Resultados em MPa dos ensaios de resistência aos 63 dias de idade com a argila A6 em corpos-de-prova de 25 x 50 mm e argamassa de cimento Portland CP II F 32.

Temp. °C	Argila A6 – 63 dias														
	Finura in natura					Finura #200					Finura #325				
	Fator D(l) % Adição					Fator D(l) % Adição					Fator D(l) % Adição				
	0%	10%	20%	30%	40%	0%	10%	20%	30%	40%	0%	10%	20%	30%	40%
650°C	<b>Amostra 11</b>					<b>Amostra 12</b>					<b>Amostra 13</b>				
	30,6	34,3	30,5	28,5	22,3	38,0	35,8	34,4	32,4	34,5	33,8	30,5	33,7	31,0	27,9
	33,1	32,6	33,9	22,7	22,4	37,7	39,0	31,6	34,2	32,3	34,5	31,4	37,5	39,6	30,2
	27,7	30,8	29,9	24,3	21,3	37,2	38,6	35,1	35,2	32,3	34,7	31,4	37,1	31,8	31,1
	33,9	30,5	28,9	21,0	23,8	41,7	36,3	37,8	31,3	30,5	34,3	31,2	37,0	39,1	29,5
	29,2	31,7	30,4	23,8	23,0	34,1	31,9	33,1	33,6	31,9	31,2	30,5	36,8	31,4	32,2
750°C	<b>Amostra 14</b>					<b>Amostra 15</b>					<b>Amostra 16</b>				
	39,5	35,5	33,0	31,3	25,9	25,5	26,0	31,0	28,7	27,1	37,1	37,3	33,2	36,5	34,3
	37,5	38,1	35,5	32,7	28,7	24,8	27,0	26,6	29,6	29,2	38,5	40,0	39,9	38,6	36,1
	39,5	38,5	32,6	31,3	26,9	27,4	25,0	28,0	29,1	25,8	40,1	38,1	41,1	33,3	34,9
	40,4	37,4	32,2	29,7	26,7	24,1	24,7	27,9	31,2	25,6	39,6	40,7	38,9	36,9	34,9
	40,6	41,2	32,6	32,3	26,7	25,8	27,6	28,9	27,2	28,3	42,8	42,1	40,5	41,3	30,8
850°C	<b>Amostra 17</b>					<b>Amostra 18</b>					<b>Amostra 19</b>				
	33,7	38,0	28,8	33,5	28,2	33,2	31,8	37,1	34,0	31,5	29,2	30,5	35,8	31,4	36,4
	35,5	39,2	36,6	31,1	27,5	30,5	34,0	36,9	36,7	32,8	28,8	32,2	34,2	32,7	37,5
	35,4	34,8	36,7	30,3	26,4	31,1	30,6	34,5	29,6	30,8	28,7	29,6	33,5	37,5	37,2
	33,2	38,9	34,6	32,9	24,8	31,2	31,2	35,7	36,5	33,6	30,8	31,2	31,4	37,2	35,8
	41,5	33,7	36,2	33,3	26,3	32,5	30,4	40,6	34,5	37,4	34,2	30,9	38,0	37,9	39,2

Anexo 21 – Resultados em MPa dos ensaios de resistência aos 63 dias de idade com a argila A7e em corpos-de-prova de 25 x 50 mm e argamassa de cimento Portland CP II F 32.

Temp. °C	Argila A7e – 63 dias														
	Finura in natura					Finura #200					Finura #325				
	Fator D(l) % Adição					Fator D(l) % Adição					Fator D(l) % Adição				
	0%	10%	20%	30%	40%	0%	10%	20%	30%	40%	0%	10%	20%	30%	40%
650°C	<b>Amostra 21</b>					<b>Amostra 22</b>					<b>Amostra 23</b>				
	30,6	28,3	27,4	28,0	24,5	38,0	30,5	31,1	29,9	28,7	32,3	33,4	34,3	35,8	30,0
	33,1	26,9	30,3	27,5	26,7	37,7	35,3	28,6	32,3	31,2	27,8	34,8	32,7	34,7	29,8
	27,7	32,7	28,2	28,5	27,7	37,2	31,9	34,5	31,2	25,2	30,1	33,3	32,2	35,9	28,1
	33,9	29,0	29,6	26,6	22,3	41,7	33,8	29,8	30,8	28,5	27,8	32,5	34,8	33,9	28,2
	29,2	31,8	26,4	25,9	26,0	34,1	33,1	31,2	27,3	25,1	28,7	36,0	32,8	34,3	30,7
750°C	<b>Amostra 24</b>					<b>Amostra 25</b>					<b>Amostra 26</b>				
	38,4	33,7	30,0	28,6	23,5	28,3	28,8	33,9	32,5	26,8	38,7	35,8	32,1	35,4	34,3
	36,6	34,1	34,7	29,2	24,8	33,7	28,1	29,3	35,0	23,2	38,3	35,1	32,6	36,3	33,7
	33,4	30,6	30,6	24,9	20,8	30,6	25,3	29,2	30,0	31,5	39,1	30,0	36,0	33,6	28,8
	33,9	30,2	30,6	26,1	24,4	29,3	30,1	31,3	32,7	25,1	41,7	36,7	35,5	33,9	33,8
	35,8	35,7	28,2	25,0	21,1	31,3	32,9	26,0	33,4	27,3	39,4	32,4	34,1	30,5	31,0
850°C	<b>Amostra 27</b>					<b>Amostra 28</b>					<b>Amostra 29</b>				
	39,5	38,4	34,8	25,4	26,8	25,5	29,0	27,1	34,6	29,5	39,5	36,6	38,0	38,6	36,7
	40,2	37,9	33,9	26,3	24,1	24,8	26,6	27,9	25,4	27,6	40,2	36,8	38,9	39,5	30,3
	38,3	32,1	31,3	24,3	26,1	27,4	33,6	24,0	29,9	29,5	38,3	37,0	39,8	36,5	34,7
	33,7	37,0	32,4	26,3	21,6	24,1	29,9	26,6	33,9	27,9	33,7	34,0	36,2	38,6	27,9
	39,8	28,9	32,0	25,6	26,2	25,8	27,3	30,1	30,7	32,9	39,8	40,1	45,1	42,5	37,6

Anexo 22 – Resultados em MPa dos ensaios de resistência aos 91 dias de idade com a argila A3 em corpos-de-prova de 25 x 50 mm e argamassa de cimento Portland CP II F 32.

Temp. °C	Argila A3 – 91 dias														
	Finura in natura					Finura #200					Finura #325				
	Fator D(l) % Adição					Fator D(l) % Adição					Fator D(l) % Adição				
	0%	10%	20%	30%	40%	0%	10%	20%	30%	40%	0%	10%	20%	30%	40%
650°C	<b>Amostra 01</b>					<b>Amostra 02</b>					<b>Amostra 03</b>				
	50,5	32,8	37,7	27,6	27,3	48,0	38,6	45,1	36,3	30,5	39,6	37,7	36,8	37,9	34,6
	40,9	35,3	34,6	30,6	24,4	38,4	40,4	38,4	37,7	38,2	42,7	36,1	32,9	34,6	31,1
	42,8	33,2	34,1	30,7	25,1	43,6	39,7	38,9	40,7	36,6	42,4	42,5	37,7	40,7	32,1
	38,2	32,8	34,8	31,5	26,5	40,9	42,1	39,4	37,8	34,9	40,4	44,0	40,4	38,6	32,7
	45,7	30,8	37,8	30,1	22,2	39,9	36,6	39,1	42,6	34,6	48,7	40,7	39,7	42,0	36,5
750°C	<b>Amostra 04</b>					<b>Amostra 05</b>					<b>Amostra 06</b>				
	37,3	42,1	36,4	32,2	20,2	42,4	45,4	41,7	45,5	41,0	37,3	37,4	36,9	36,9	34,5
	44,0	40,5	37,4	29,8	25,1	49,7	45,0	37,2	46,2	41,9	36,9	34,4	41,8	41,8	38,8
	45,8	43,2	37,0	30,7	26,7	50,1	40,1	42,4	50,4	39,9	41,4	31,0	40,4	40,4	33,4
	42,1	43,2	36,2	30,6	25,9	48,1	43,3	48,4	48,6	39,6	41,2	40,3	42,3	42,3	32,0
	41,1	42,0	37,8	30,0	27,9	46,7	43,9	42,9	47,4	41,2	40,1	38,5	41,8	41,8	33,7
850°C	<b>Amostra 07</b>					<b>Amostra 08</b>					<b>Amostra 09</b>				
	37,3	38,8	38,6	30,5	20,8	40,7	34,4	39,2	37,7	33,9	42,4	42,6	41,5	44,8	44,2
	44,0	32,8	33,3	30,3	22,5	44,1	35,5	34,9	36,8	32,2	49,7	40,8	45,8	47,2	48,2
	45,8	36,9	39,0	30,0	25,3	42,6	31,3	36,8	35,0	31,3	50,1	40,6	44,6	42,2	43,3
	42,1	35,6	34,8	26,6	28,6	44,8	32,3	36,9	29,8	35,7	48,1	41,1	44,8	46,9	40,9
	41,1	39,7	37,5	27,5	27,7	51,5	38,6	37,0	34,8	34,6	46,7	41,9	47,3	48,9	47,2

Anexo 23 – Resultados em MPa dos ensaios de resistência aos 91 dias de idade com a argila A6 em corpos-de-prova de 25 x 50 mm e argamassa de cimento Portland CP II F 32.

Temp. °C	Argila A6 – 91 dias														
	Finura in natura					Finura #200					Finura #325				
	Fator D(l) % Adição					Fator D(l) % Adição					Fator D(l) % Adição				
	0%	10%	20%	30%	40%	0%	10%	20%	30%	40%	0%	10%	20%	30%	40%
650°C	<b>Amostra 11</b>					<b>Amostra 12</b>					<b>Amostra 13</b>				
	46,3	37,6	35,4	33,4	29,7	50,2	47,2	40,4	39,3	34,5	43,8	32,7	43,5	45,5	29,5
	46,3	37,6	30,0	32,0	26,3	51,8	45,5	42,5	39,7	35,8	48,0	30,5	47,4	47,1	26,4
	46,2	42,8	32,0	31,5	26,9	48,5	46,0	40,0	40,0	32,9	44,5	32,8	38,9	38,7	26,7
	42,8	34,6	32,1	31,7	26,9	47,2	46,1	41,9	36,4	29,4	44,1	37,4	38,8	40,9	33,0
50,0	35,5	30,4	33,5	24,4	44,7	45,4	41,2	39,8	30,0	46,9	30,6	44,7	38,2	32,7	
750°C	<b>Amostra 14</b>					<b>Amostra 15</b>					<b>Amostra 16</b>				
	47,9	43,7	37,7	34,0	30,3	40,9	38,5	29,5	33,8	29,2	50,5	45,0	38,0	42,5	39,2
	52,6	46,6	40,5	34,5	30,0	38,2	38,4	32,9	33,1	28,0	40,9	37,8	40,0	42,2	40,1
	47,9	41,6	42,0	38,2	30,9	40,7	37,0	30,3	28,3	30,1	42,8	40,2	44,0	40,7	39,4
	44,1	45,0	42,7	34,6	29,0	39,1	37,1	30,9	33,3	27,9	38,2	38,5	38,5	37,5	37,8
46,9	45,3	41,6	33,9	27,2	40,6	41,1	25,7	31,8	25,3	45,7	40,0	40,2	41,5	40,4	
850°C	<b>Amostra 17</b>					<b>Amostra 18</b>					<b>Amostra 19</b>				
	45,8	38,8	34,7	32,0	29,9	39,6	41,4	45,4	38,1	38,5	40,7	40,4	44,2	40,2	39,9
	44,5	38,3	36,3	30,7	31,5	42,7	37,7	46,3	37,2	35,0	44,1	46,5	45,2	40,1	39,8
	46,1	47,0	33,9	30,5	27,3	42,4	34,2	40,7	39,3	41,2	42,6	42,4	42,6	43,9	39,5
	51,5	45,5	32,1	38,8	26,3	40,4	36,8	37,8	40,6	38,6	44,8	40,9	41,1	41,9	39,3
46,5	44,4	39,8	37,1	24,0	48,7	37,9	40,7	42,8	32,8	51,5	38,8	42,5	48,3	45,9	

Anexo 24 – Resultados em MPa dos ensaios de resistência aos 91 dias de idade com a argila A7e em corpos-de-prova de 25 x 50 mm e argamassa de cimento Portland CP II F 32.

Temp. °C	Argila A7e – 91 dias														
	Finura in natura					Finura #200					Finura #325				
	Fator D(l) % Adição					Fator D(l) % Adição					Fator D(l) % Adição				
	0%	10%	20%	30%	40%	0%	10%	20%	30%	40%	0%	10%	20%	30%	40%
650°C	<b>Amostra 21</b>					<b>Amostra 22</b>					<b>Amostra 23</b>				
	46,3	33,4	38,0	32,8	28,6	50,2	45,7	38,3	35,2	28,3	48,8	34,0	36,4	35,6	31,4
	46,3	33,4	37,6	29,9	22,9	51,8	43,7	40,3	36,1	24,2	37,5	35,4	42,7	35,0	30,7
	46,2	33,4	28,7	31,6	23,9	48,5	50,0	39,5	37,0	28,4	41,5	36,5	44,7	41,5	32,7
	42,8	37,1	34,8	32,8	28,2	47,2	44,8	40,0	38,1	31,3	40,1	37,8	41,3	37,1	34,4
	50,0	29,8	34,8	36,9	24,8	44,7	43,6	42,6	36,8	31,8	39,4	47,3	43,7	30,3	32,6
750°C	<b>Amostra 24</b>					<b>Amostra 25</b>					<b>Amostra 26</b>				
	40,8	35,8	34,5	31,3	26,5	37,3	38,4	39,1	38,5	36,2	48,0	41,6	40,4	38,2	32,7
	43,6	36,2	32,9	30,4	25,1	36,9	37,8	38,0	34,5	31,7	38,4	45,8	40,4	41,3	39,1
	43,5	39,0	33,8	31,6	23,0	41,4	37,8	40,7	38,5	38,2	43,6	40,7	38,0	44,5	39,0
	38,1	37,1	32,8	33,6	28,0	41,2	36,6	45,6	41,3	35,9	40,9	34,0	42,0	41,9	35,1
	41,5	39,1	33,3	30,1	30,2	40,1	42,8	36,8	41,5	33,0	39,9	42,2	40,1	42,4	38,5
850°C	<b>Amostra 27</b>					<b>Amostra 28</b>					<b>Amostra 29</b>				
	43,4	38,7	32,3	34,2	28,1	40,9	33,4	42,8	40,8	38,7	43,4	38,6	36,1	36,0	35,7
	44,2	42,3	31,8	32,1	28,2	38,2	36,9	40,0	35,6	35,9	44,2	43,6	46,2	35,5	34,9
	40,6	46,7	34,8	32,3	27,5	40,7	36,2	44,5	39,1	42,1	40,6	41,8	40,9	32,6	32,1
	43,5	42,4	36,3	30,4	25,7	39,1	37,1	43,0	38,0	39,5	43,5	42,8	39,1	34,7	34,4
	45,8	41,5	36,8	32,6	27,6	40,6	36,7	44,1	42,1	37,3	45,8	43,6	38,0	44,8	32,2